

# EBSD karakterisering av et austenittisk rustfritt AISI 304 stål under in situ deformasjon ved ulike temperaturer

**Maia Wenn**

Materialteknologi

Innlevert: mai 2014

Hovedveileder: Jarle Hjelen, IMTE

Medveileder: Morten Karlsen, Statoil

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet  
Institutt for materialteknologi



# Forord

Denne oppgaven er utført ved Institutt for Materialteknologi på Norges Teknisk-Naturvitenskapelige Universitet, NTNU, våren 2014. Arbeidet er utført selvstendig og i henhold til reglement for gjennomføring av sivilingeniøreksamen.

Først og fremst vil jeg rette en stor takk til mine veiledere Professor Jarle Hjelen og Professor II Morten Karlsen for motivasjon, gode diskusjoner og god hjelp under gjennomføring av oppgaven. Det har vært en stor inspirasjon underveis i arbeidet. Jeg vil også takke Yingda Yu for opplæring på SEM og EBSD, i tillegg til god oppfølging underveis. Videre vil jeg takke de ansatte på EM-lab ved Institutt for Materialteknologi for hjelp med utstyret underveis.

Avslutningsvis vil jeg takke alle som har brukt av sin tid til å bidra med innspill underveis, og spesielt min far Torgeir Wenn for mange gode innspill og diskusjoner.

Trondheim, mai 2014



Maia Wenn



# Sammendrag

Denne masteroppgaven kartlegger martensittdannelsen i et austenittisk rustfritt stål som følge av ytre påkjenninger i form av temperatur og spenning. Dette er gjort ved hjelp av in situ deformasjon i skanning elektronmikroskop (SEM) i kombinasjon med diffraksjon av tilbakespredte elektroner (EBSD). Stålet som er undersøkt er AISI 304, som er et austenittisk rustfritt stål med en fullstendig austenittisk struktur.

Stålet ble undersøkt ved tre forskjellige tilfeller

- Martensittdannelse som følge av bråkjøling i flytende nitrogen
- Martensittdannelse som følge av strekktesting ved romtemperatur
- Martensittdannelse som følge av strekktesting ved lave temperaturer

Under in situ forsøkene ble et spesiallaget strekkbord montert i SEM, og prøvene ble strukket opp til 12 %. For strekktesting ved lave temperaturer ble en spesiallaget kaldfinger montert på prøven, og deformasjonen ble utført når temperaturen hadde stabilisert seg. Temperaturen stabiliserte seg på henholdsvis  $-51,7\text{ }^{\circ}\text{C}$  og  $-47\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Ved bruk av in situ EBSD, er en av utordringene å finne gode nok kalibreringspunkt etter hvert som deformasjon blir introdusert i materialet. I tillegg oppstår det kontaminasjon av overflaten jo lengre skannet pågår, spesielt ved lave temperaturer. Det ble derfor utviklet en ny metode for kalibrering av skannene. Dette ble gjort for å undersøke om det er mulig å forenkle opptaksprosessen, og dermed korte ned tiden i SEM ved opptak av mange diffraksjonsmønstre av det samme området ved for eksempel strekk og kjøling. Den forenklede indiseringsmetoden går ut på at man bruker kalibreringspunktene for det første skannet ved kalibrering av alle skannene over området. Slik unngår man å ta opp nye kalibreringspunkt for hvert skann. Alle filene fra det første skannet unntatt filen med selve mønsteret gjenbrukes ved indisering av alle skannene. Det ble konkludert med at den nye indiseringsmetoden gir litt dårligere kvalitet enn den som brukes per i dag, men i tilfeller hvor man ikke finner gode kalibreringspunkt som følge av deformasjon eller kontaminasjon, vil den nye indiseringsmetoden være avgjørende for å få et resultat.

Ved bråkjøling i flytende nitrogen ble det ikke observert martensittdannelse i prøvene som ble undersøkt. Det ble derimot dannet små fraksjoner av martensitt i prøver strukket ved romtemperatur og i prøver strukket ved lave temperaturer. Martensittandelen som ble dannet var større for prøver strukket ved lave temperaturer enn for prøver strukket ved romtemperatur. Det ble dannet omtrent 1 % martensitt i prøver strukket til 8 % ved romtemperatur, og 2,5 % martensitt i prøver strukket til 8 % ved lave temperaturer. Det ble konkludert med at austenitt lettere transformeres til martensitt for plastisk deformasjon ved lave temperaturer enn ved romtemperatur som følge av høyere termodynamiske drivkrefter.

Etter in situ forsøkene ble en prøve som var strukket til 12 % ved romtemperatur, og en prøve som var strukket til 12 % ved lav temperatur, slipt og elektrolytert før de på nytt ble undersøkt med EBSD. Det ble observert henholdsvis 0,1 % og 0,6 % martensitt i prøvene, noe som er en mindre martensittandel enn det som ble observert under selve forsøket. Prøven strukket ved lav temperatur viste også her en større martensittandel enn prøven strukket ved romtemperatur.

Martensitten som ble dannet lå langs austenittkorgrensene. Ved hjelp av TSL OIM Analysis ble det bekreftet at martensitten har en K-S orienteringssammenheng med austenitten den ble dannet fra, noe som indikerer at martensitten er riktig indisert.

Ved hjelp av et Schmid faktor kart i TSL OIM Analysis, ble slipstriper introdusert i mikrostrukturen undersøkt. Det teoretiske kartet anga hvilke korn det mest sannsynlig oppstod slip i, og dette ble sammenlignet med IQ kartene, hvor sliplinjene var tydelige, til samme prøve ved deformasjon. Det ble konkludert med at sliplinjer i stor grad oppstod i områder hvor Schmid faktoren var høy, det vil si områder hvor sliplinjer teoretisk mest sannsynlig oppstår, men at det er viktig å ta hensyn til andre faktorer som kan påvirke dannelse av sliplinjer, som for eksempel kornstørrelse.

# Abstract

This master thesis charts the formation of martensite in an austenitic stainless steel due to external strain and temperature. This is done by in situ deformation in a scanning electron microscope (SEM) in combination with diffraction of backscatter electrons (EBSD). The steel investigated is AISI 304, an austenitic stainless steel with a pure austenitic structure.

The steel was examined in three different cases.

- Martensite formation caused by quenching in liquid nitrogen
- Martensite formation due to tensile testing at room temperature
- Martensite formation as a result of tensile testing at low temperatures

During the in situ experiments, a custom made tensile testing machine was mounted in the SEM, and the samples were strained up to 12%. For tensile testing at low temperatures, a cold finger was mounted on the sample and the deformation was performed when the temperature had stabilized. The temperature stabilized at respectively  $-51.7^{\circ}\text{C}$  and  $-47^{\circ}\text{C}$ . Using in situ EBSD, one of the challenges is finding good enough calibration points as deformation is introduced into the material. In addition contamination occurs on the surface due to the scanning, particularly at low temperatures. Therefore a new method for calibration of the scans was developed. This was done in order to investigate whether it is possible to simplify the calibration process, thus shortening the time in SEM when recording many diffraction pattern of the same area. The simplified indexing method is based on using the calibration points from the first scan to calibrate all the scans from the area. This avoids choosing new calibration point for each scan. All the files from the first scan except the pattern file are reused when indexing all the scans. It was concluded that the new indexing method gives a slightly poorer quality than the method currently used, but in cases where you can't find good calibration point as a result of deformation or contamination, the new indexing method is crucial to give results.

When quenching in liquid nitrogen, no martensite formation was observed in the samples examined. Small fractions of martensite were formed in the samples stretched at room temperature and in samples stretched at low temperatures. Martensite fraction that was formed was greater for samples stretched at lower temperatures than for the samples stretched at room temperature. In the samples strained to 8 % at room temperature, a martensite fraction of approximately 1 % was observed, while samples strained to 8 % at low temperatures revealed a martensite fraction of approximately 2, 5 %. It was concluded that the austenite easier transforms into martensite during plastic deformation at low temperatures than at room temperature due to higher thermodynamic driving forces.

After the in situ experiments, a sample that was strained to 12 % at room temperature and a sample that was strained to 12 % at a low temperature , was grinded and electropolished before they once again was studied by EBSD . Martensite fraction observed was less than the fraction observed during the in situ experiment. The sample stretched at low temperature also contained a greater fraction of martensite than the sample stretched at room temperature. The martensite fraction observed was respectively 0, 1 % and 0, 6 %. The martensite formed lies along austenite grain boundaries. By using TSL OIM Analysis, it was confirmed that the martensite has a KS orientation relationship with the austenite it was formed from, indicating that the martensite is correctly indicated.

By using a Schmid factor map in TSL OIM Analysis, the slip lines introduced into the microstructure was examined. The theoretical map specified which grains that most likely introduced slip, and this was compared with IQ maps, where the slip lines were visible. It was concluded that the slip lines mainly occurred in areas where the Schmid factor was high, that is areas where slip lines theoretically is most likely to occur, but that it is important to take into account other factors that can affect the formation of slip lines, such as grain size.



# Forkortelser

Terminologi	Forklaring
A2/A3	Elektrolytter for elektropolering
AISI	American Iron and Steel Institute
AISI 304/AISI 316	Austenittiske rustfrite stål
ASTM	American Society for Testing and Materials
BCC	Kubisk romsentret
BCT	Tetragonal romsentret
CCD	Charged Coupled Device
CI	Konfidensindeks på diffraksjonsmønster
$d_{hkl}$	Avstand mellom atomplan
EBSD	Diffraksjon av tilbakespredte elektroner
FESEM	Feltemisjon SEM
FCC	Kubisk flatesentret
IPF	Invers Polfigur
IQ	Bildekvalitet på diffraksjonsmønsteret
K-S	Kurdjomov-Sachs
$M_d$	Øvre temperaturgrense for martensittdannelse ved deformasjon
$M_f$	Sluttemperatur for martensittdannelse
$M_s$	Starttemperatur for martensittdannelse
OIM	Orienteringsmikroskopi
PC	Pattern Center ved opptak av diffraksjonsmønster
SEM	Skanning-elektronmikroskop

SiC	Silisiumkarbid
TTT	Tid Temperatur Transformasjon
$\lambda$	Bølgelengde til elektroner
$\theta_B$	Braggvinkel
$\alpha'$	Martensitt
$\gamma$	Austenitt

# Innhold

<b>1</b>	<b>Innledning .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Teori.....</b>	<b>3</b>
2.1	Austenittiske rustfrie stål .....	3
2.2	Fysikalsk metallurgi .....	3
2.2.1	Metastabile faser .....	5
2.2.2	Krystallografi .....	8
2.3	Electron Backscatter Diffraction (EBSD) .....	10
2.3.1	Operasjonsparametere i SEM.....	12
2.3.2	Indisering og analyse av diffraksjonsmønstre .....	14
2.3.3	In situ EBSD karakterisering.....	15
2.3.4	Prøvepreparering .....	17
<b>3</b>	<b>Eksperimentelt.....</b>	<b>19</b>
3.1	Materialet.....	19
3.2	Prøvepreparering .....	19
3.3	SEM og EBSD.....	20
3.3.1	Opptak og indisering av diffraksjonsmønster .....	21
<b>4</b>	<b>Resultater .....</b>	<b>31</b>
4.1	Kalibreringsmetode .....	31
4.2	Prøver kjølt i flytende nitrogen.....	32
4.3	In situ strekktesting.....	34
4.3.1	Orienteringssammenheng .....	40
4.3.2	Sliplinjer .....	43
4.4	Undersøkelser av deformerte prøver etter strekk .....	44
<b>5</b>	<b>Diskusjon.....</b>	<b>47</b>
5.1	Kalibreringsmetode .....	47
5.2	Nedkjøling av prøver .....	48
5.3	In situ strekktesting ved romtemperatur .....	49
5.4	In situ strekktesting ved lave temperaturer .....	50
5.5	Undersøkelser av deformerte prøver etter strekk .....	51
5.6	Martensitt.....	52
5.7	Schmid faktor kart .....	52

<b>6</b>	<b>Konklusjon.....</b>	<b>55</b>
<b>7</b>	<b>Forslag til videre arbeid.....</b>	<b>57</b>
<b>8</b>	<b>Bibliografi .....</b>	<b>57</b>
	<b>Vedlegg I.....</b>	<b>I</b>
	<b>Vedlegg II.....</b>	<b>XV</b>
	<b>Vedlegg III .....</b>	<b>XXIX</b>
	<b>Vedlegg IV.....</b>	<b>XXXIII</b>
	<b>Vedlegg V .....</b>	<b>XXXVII</b>

# 1 Innledning

Det har vært stor aktivitet i forbindelse med olje- og gassutvinning i arktiske strøk de siste årene. Ved å etablere nye olje- og gassfelt i nordlige strøk introduserer man nye, strenge krav til materialene som skal brukes. Nye materialer blir introdusert til nye miljø, og dette krever utvikling innen teknologi og kompetanse for å unngå uheldige fenomener som for eksempel sprøbrudd. I arktiske strøk vil temperaturene ligge under  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , og design temperaturer vil ligge ned mot  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . I tillegg til lave temperaturer, vil materialene bli utsatt for større deformasjoner som følge av drivende is [1]. Dette innebærer en stor risiko sett fra et materialperspektiv da materialene blir introdusert for store fysiske påkjenninger.

Austenittiske rustfrie stål er mye brukt som konstruksjonsmateriale og andre komponenter på offshore installasjoner i dag. Stålene har en høy styrke og seighet ved lave temperaturer, og kan enkelt bearbeides og sveises. I tillegg har de god korrosjonsmotstand i de fleste miljø, og er prisgunstige [2, 3]. På tross av gode egenskaper ved lave temperaturer, kan det oppstå problemer som følge av martensittdannelse i de austenittiske rustfrie stålene. Martensitt er en sprø fase som lett kan initiere sprøbrudd i den duktile austenittiske strukturen, og vil derfor være avgjørende for egenskapene til de austenittiske rustfrie stålene [4]. Det vil være av stor interesse å se på martensittdannelse i de austenittiske rustfrie stålene som følge av ytre påkjenninger for å kartlegge om de kan brukes på offshore installasjoner i arktiske strøk.

Materialet undersøkt i denne oppgaven er et austenittisk rustfritt AISI 304 stål. Dette er et relativt lavlegert austenittisk rustfritt stål, og vil dermed være mer ustabil enn det høyere legerede AISI 316 som er mye brukt i forbindelse med olje- og gassproduksjon. Hensikten med oppgaven er å studere hvordan materialet oppfører seg som funksjon av temperatur og ytre påvirkninger i form av deformasjon. Det er tidligere blitt gjort flere forsøk på å studere martensittdannelsen i de austenittiske rustfrie stålene. For AISI 304 finnes det observasjoner på at martensitt dannes i stålet som følge av kraftig nedkjøling [5]. Det finnes også eksempel på motstridende resultat der stålet ikke viser tegn til martensittdannelse som følge av nedkjøling [3, 6]. Ved strekktesting er det derimot flere eksempel på martensittdannelse som følge av deformasjon i AISI 304. Det er påvist at andel martensitt øker med økende grad av deformasjon [7, 8]. Når temperaturen i tillegg senkes, vil stablefeilenergien til austenitten bli lavere, og det oppstår en større drivende kraft for martensittdannelse enn for deformasjon ved romtemperatur [9].

Undersøkelsene ble gjort ved in situ deformasjon i SEM ved ulike temperaturer samtidig som det ble foretatt EBSD. Diffraksjon av tilbakespredte elektroner (EBSD) i SEM er et viktig verktøy for å studere mikrostrukturen til krystallinske materialer, og kan gi informasjon om fasefordelinger, mikrostruktur, krystallorientering og korn grenser. Ved hjelp av in situ EBSD kan man se på fase transformasjoner mens de pågår, og hvordan ytre påvirkninger som temperatur og deformasjon påvirker et materiale. Dette er blitt gjort i flere tilfeller for forskjellige materialer med gode resultater [10, 11, 12, 13, 14, 15]. SEM og EBSD er et viktig verktøy for å studere utvikling av mikrostrukturen i de austenittiske rustfrie stålene.



# 2 Teori

## 2.1 Austenittiske rustfrie stål

Austenittiske rustfrie stål er stål med austenittisk struktur. Stålene inneholder 12-25 % krom og 8-25 % Ni, i tillegg til noe Mo, Nb, Ti, Mn og N. De austenittiske rustfrie stålene er tradisjonelt brukt i transport, kjemisk, petrokjemisk og matvareindustri. Stålene har gode mekaniske egenskaper over et stort temperaturområde og er prisgunstige. I tillegg er de tilgjengelig i de aller fleste former og kan enkelt bearbeides og sveises [2]. AISI 304, som er undersøkt i denne oppgaven, er et austenittisk rustfritt stål i AISI 300 serien, og tabell 1 viser den kjemiske sammensetningen til et typisk 304 stål.

*Tabell 1: Kjemisk sammensetning til et typisk AISI 304 rustfritt stål [16]*

Element	C (max)	Mn (max)	P (max)	S (max)	Si (max)	Cr	Ni	N (max)
%	0,08	2,00	0,045	0,030	0,75	18-20,0	8,0-10,5	0,10

Bruddstyrken til de austenittiske rustfrie stålene varierer i området 500-850 MPa, og flytegrensen ligger i området 180-550 MPa. Bruddforlengelse ligger typisk i området 35-70 % [2]. Bruksområdet til de austenittiske rustfrie stålene begrenses på grunn av sin korrosjonsmotstand da de er utsatt for spenningskorrosjon ved høyere temperaturer [17]. Den austenittiske strukturen og dannelsen av den metastabile fasen martensitt ( $\alpha'$ ) er viktig for å forstå egenskapene til de austenittiske rustfrie stålene.

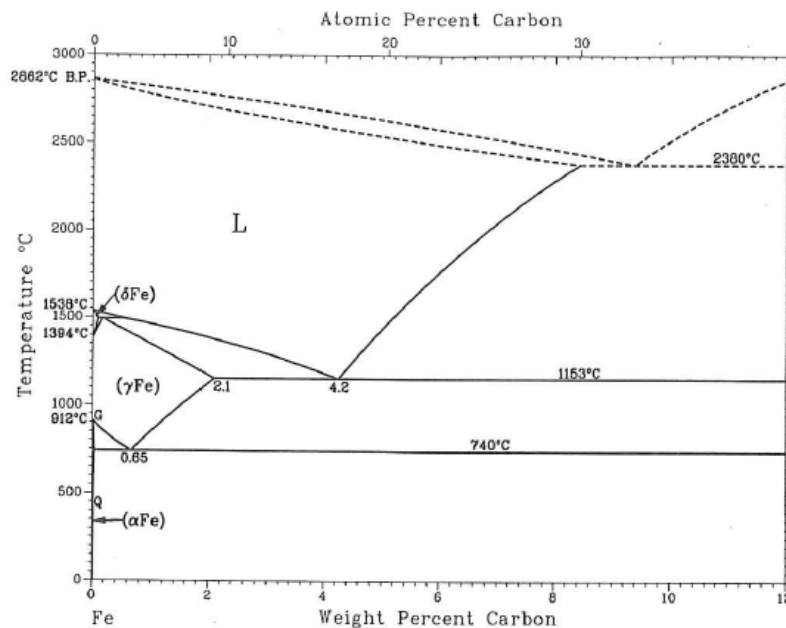
## 2.2 Fysikalsk metallurgi

De viktigste forholdene som avgjør stålets egenskaper er legeringselementer, oppvarming, holdetider for temperatur og kjølehastighet. Som navnet tilsier, består de austenittiske rustfrie stålene opprinnelig av en ren austenittisk struktur.

Austenitt har en kubisk flatesentrert krystallstruktur (FCC), og blir kalt gamma( $\gamma$ )-jern. Karbonatomene er løst i mellomgitterposisjoner og fasen er bløt og duktil. Austenitt er en tettpakket struktur som har lav stablefeilenergi, noe som fører til stor forlengelse og kraftig arbeidsharding. Fasen har få glideplan, og dette gjør at stålene er følsomme for spenningskorrosjon [18]. Austenitt består av 12 slipsystem med 3  $\langle 110 \rangle$  retninger i hvert av de 4  $\{111\}$  planene. Siden  $\langle 110 \rangle$  retningene er de mest tettpakkede, vil brudd mest sannsynlig oppstå i disse. Schmidts lov beskriver hvor det mest sannsynlig oppstår slip når et materiale med bestemte slipsystem blir utsatt for påkjenning i en bestemt retning. Ved hjelp av Schmidts lov, kan man forutsi hvor slip og brudd oppstår i et materiale som blir utsatt for spenning eller kompresjon. Brudd vil forekomme når skjærspenningen oppnår en kritisk verdi, og slip med påfølgende brudd vil derfor oppstå i området hvor skjærspenning er høyest. I følge Schmidts lov, vil dette være  $45^\circ$  i forhold til strekkretningen [19]. Kornstørrelse er en viktig parameter i forbindelse med brudd i materialer. Korngrenser hindrer dislokasjonsbevegelse, og derfor vil dislokasjoner stables opp inne i korn. I store korn kan

mange dislokasjoner stables opp, og det er derfor stor sannsynlighet for at slip og brudd oppstår. I små korn stables det opp mindre dislokasjoner, og det vil teoretisk være en mindre sannsynlighet for at det oppstår slip og brudd i disse kornene [18].

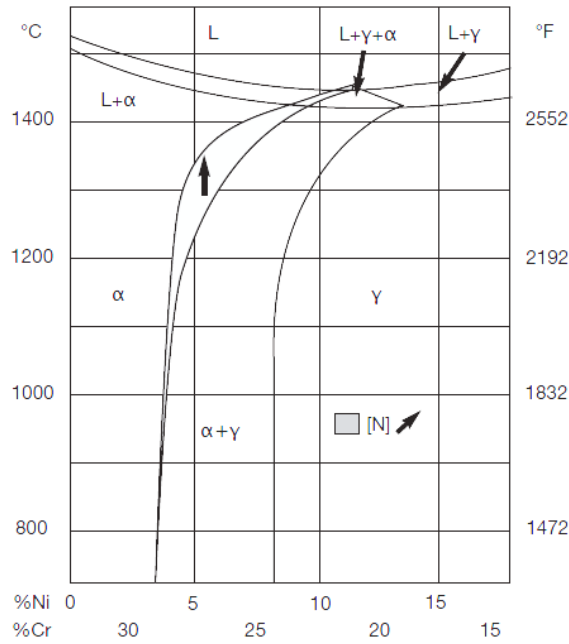
Fasediagram er et termodynamisk likevektsdiagram som viser hvilke faser som er i likevekt med hverandre ved gitte temperaturer og sammensetninger. Fasediagrammet for jern og karbon i figur 1 viser at det stabile området for austenitt i rent jern er fra 912 °C til 1394 °C [20].



**Figur 1:** Fasediagrammet for jern og karbon [20]

Området hvor austenitt er stabilt kan utvides eller innsnevres ved tilsats av legeringselement. Legeringselement som stabiliserer austenittfasen kalles austenittdannere, og nikkel og karbon er eksempel på dette. Det tertiære fasediagrammet for jern-krom-nikkel ved 68 % jern i figur 2 illustrerer hvordan nikkel og krom vil påvirke den metallurgiske oppførselen til austenittiske rustfrie stål [20].



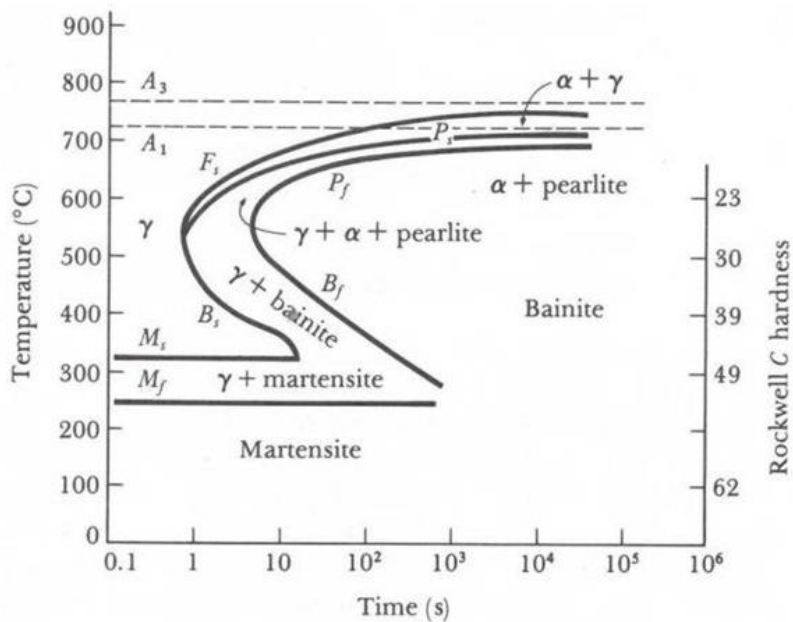


**Figur 2:** Det tertiære fasediagrammet for jern-krom-nikkel ved 68 % jern [20].

Diagrammet i figur 2 illustrerer at de austenittiske rustfrie stålene vil størkne austenittisk ved omtrent 8-20 % Ni og 25-15 % Cr.

### 2.2.1 Metastabile faser

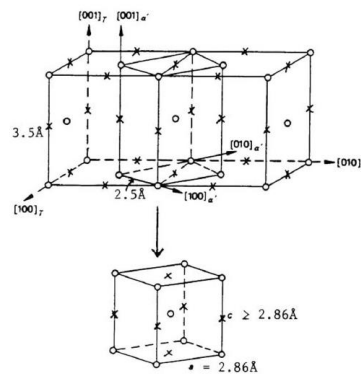
Fasediagrammene forutsetter termodynamisk likevekt, det vil si uendelig lang avkjølingstid. Ved å variere avkjølingsbetingelsene fra austenittområdet, kan det dannes metastabile faser som for eksempel martensitt. Dette er illustrert i TTT (Tid-Temperatur-Transformasjon)-diagram. Et typisk TTT-diagram til et lavlegert stål er illustrert i figur 3.



**Figur 3:** TTT(Tid-Temperatur-Transformasjon)-diagram til et lavlegert stål [21]

Diagrammet i figur 3 illustrerer dannelsen av metastabile faser som perlitt, bainitt og martensitt i stål som funksjon av temperatur og tid. Tilsats av legeringselement vil forsinke karbondiffusjonen og minke omdanningshastighetene. Kurvene i diagrammet vil derfor forskyves mot høyre med økende legeringsinnhold. Martensitt ( $\alpha'$ ) er en metastabil fase som dannes når stål bråkjøles fra  $\gamma$ -området med stor avkjølingshastighet. Karbon rekker da ikke å diffundere og ligger tvangsløst i en ferrittisk struktur. Dette gir martensitt, en krystallstruktur lik ferritt med karboninnhold tilsvarende austenitten den blir dannet fra. Karbonatomene tvinger Fe inn i en romsentrert, svak tetragonal krystallstruktur (BCT). Martensittdannelsen er, i motsetning til austenittdannelsen, diffusjonsløs, og omvandlingen krever kontinuerlig avkjøling.  $M_s$ - og  $M_f$  – temperaturer markerer henholdsvis start- og slutt-temperatur for dannelse av martensitt, og kan senkes med økende innhold av legeringselement. Karbon, mangan og nikkel har størst innvirkning på disse temperaturene. Hvis avkjølingen stoppes, vil karbonatomene legge seg på dislokasjoner og låse dem, noe som fører til at martensitten slutter å vokse [18].

Bain har vist hvordan martensitt kan dannes fra FCC strukturen med minst mulig atomforflytning. Dette er illustrert i figur 4 [18].



**Figur 4:** BCC dannet fra FCC med minst mulig atomforflytning [18]

Figur 4 viser hvordan en romsentrert tetragonal celle (BCT) dannes av to flatesentrerte kubiske celler (FCC). Kryssene angir mulige posisjoner for karbonatomer. Siden karbonatomene vil plassere seg på sidekantene i c-retningen og basalplanet, vil dette ha betydning for forholdet mellom c/a-retningen. Bain deformasjonen gjør at a-retningen i enhetscellen forlenges, mens c-retningen komprimeres, og martensittgitteret blir svakt tetragonalt [22].

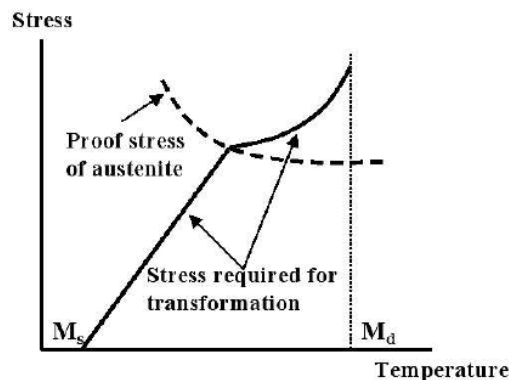
De austenittiske rustfrie stålene er påvirket av martensittdannelsen, da dette vil forandre egenskapene til stålene [18]. Dannelse av martensitt påvirker arbeidsherdningen av stålet og gir en høyere styrke, strekkfasthet og bedre plastisitet. Martensitt er en sprøere fase enn austenitt, noe som vil gi stålet en dårligere duktilitet kontra et rent austenittisk stål [4]. Martensitten som dannes i stål med lavt karboninnhold, som for austenittiske rustfrie 304 stål, er stavformet. Bunter av parallelle staver med lavvinkel-grenser mellom seg vokser inn i austenittkornet [18]

### 2.2.1.1 Deformasjonsindusert martensitttransformasjon

Martensitt kan også dannes som følge av spenning eller tøyning ved temperaturer over  $M_s$ , og deformasjonsindusert martensitttransformasjon kan oppstå som følge av blant annet strekktesting av et stål. Energien som tilføres kompenserer for manglende underkjølingen, og transformasjonen skjer ved en høyere temperatur enn  $M_s$ . Høyere temperatur krever større deformasjon for at transformasjonen skal skje [23].

Spenningsindusert martensittdannelse skjer ved spenninger under flytspenningen til austenitten, og martensitten kimdannes på samme måte som ved underkjøling. Martensittdannelse generert av tøyning skjer i det plastiske regimet og dislokasjoner i austenitten som følge av plastisk deformasjon er nye kimdanningspunkter for martensitt [24, 25].

Figur 5 illustrerer  $M_s$  som funksjon av spenning og temperatur [25].



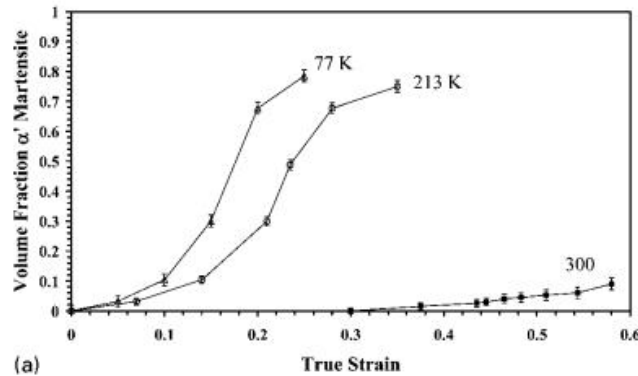
Figur 5:  $M_s$  som funksjon av spenning og temperatur [25].

Figuren illustrerer martensittdannelsen,  $M_s$ , som funksjon av spenning og temperatur. Ved høyere temperaturer kreves det en større ytre påvirkning for å få martensittdannelse. Den vertikale linjen,  $M_d$ , illustrerer den øvre temperaturgrensen hvor martensitt kan dannes uansett grad av deformasjon. [25]

For stål med stabil austenitt, som austenittiske rustfrie stål, vil bråkjøling i mange tilfeller ikke være tilstrekkelig for å få dannet martensitt. Senkning av temperatur skaper i disse tilfellene ikke en stor nok kraft til å generere martensittdannelse med mindre komposisjonen av legeringen er modifisert slik at den introduserer utfelling. I disse tilfellene er en ytre påkjenning nødvendig for å fremkalle transformasjonen [26].

Martensittdannelse ved kjøling til kryogene temperaturer for en rekke austenittiske rustfrie stål ble undersøkt av Reed og Mikesell i 1960. Av de austenittiske rustfrie stålene som ble undersøkt, var det kun AISI 303 og AISI 304 som hadde martensittdannelse som følge av repeterende nedkjøling fra romtemperatur til  $-196$  og  $-253$  °C [5]. Det finnes også eksempel på motstridende resultat i litteraturen der AISI 304 ikke har vist tegn på martensittdannelse ved kjøling [6, 3]. Det er i flere tilfeller observert martensittdannelse i austenittiske rustfrie stål ved strekktesting. Andel martensitt øker med økende deformasjon, og kimdanning skjer nær austenittkornrensere og ved deformasjonstvillinger [7, 8]. Ved å senke temperaturen under deformasjon, vil stablingsfeilenergien til austenitten bli lavere, og det oppstår en større

drivende kraft for martensittdannelse enn ved deformasjon ved romtemperatur [8]. Figur 6 viser en kurve utarbeidet av K. Spencer med flere i 2009 [9].

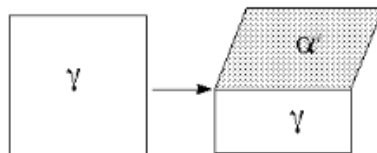


**Figur 6:** Martensittdannelse som funksjon av strekk og temperatur i Kelvin [9].

Figuren viser martensittdannelse som funksjon av temperatur og deformasjon. Målet med arbeidet var å avdekke temperaturavhengigheten til martensittdannelsen ved deformasjon i austenittiske rustfrie stål. I arbeidet er det brukt austenittisk rustfritt 316 og 304 stål. Kurven viser at martensittfraksjon som dannes ved deformasjon øker ved synkende temperatur. Det ble også observert at kimdannelse av martensitt på deformasjonstvillinger favoriseres fremfor kimdannelse på korngrenser når temperaturen senkes under deformasjonen [8].

## 2.2.2 Krystallografi

Krystallografien til martensitttransformasjonen er ofte beskrevet ved vekstplanet (habit plane) og orienteringssammenhenger mellom martensitten og austenitten den dannes fra. Vekstplanet er grenseflaten mellom de to fasene på et makroskopisk nivå. Dette er illustrert i figur 7 [27].



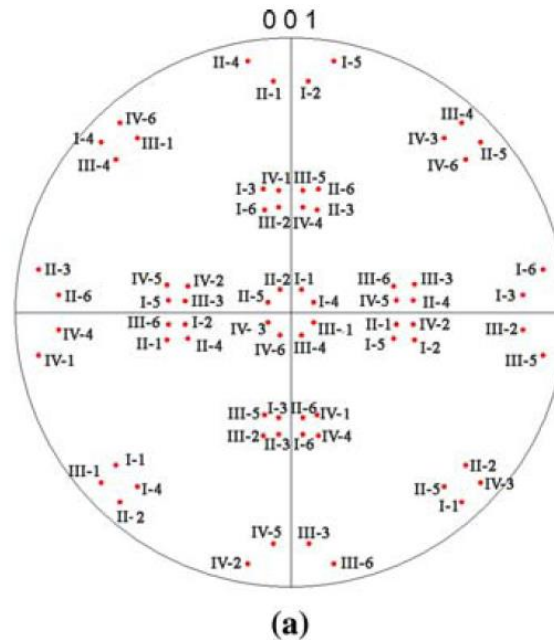
**Figur 7:** Vekstplanet mellom austenitt og martensitt på et makroskopisk nivå [27].

Figuren illustrerer planet som er felles for de to fasene martensitt og austenitt [27]. Vekstplanet for martensitt forandrer seg med kjemisk komposisjon, og stål med små forskjeller i den kjemiske sammensetningen kan ha identiske vekstplan. Stål med lavt karboninnhold har vekstplanet  $\{557\}$ , som er likt  $\{111\}$  planet, og stål med høyt karboninnhold har vekstplanet  $\{259\}$  eller  $\{225\}$  [28].

Dannelse av bainitt, martensitt og ferritt (BCC) fra austenitt (FCC) omfatter en koordinert bevegelse av atomer. Dette skaper en reproducerbar orienteringssammenheng mellom BCC og austenitten den dannes fra. Sammenhengen uttrykkes ved korresponderende tettpakkede plan og retninger mellom de to fasene, og for stål benyttes ofte Kurdjumov-Sachs orienteringssammenheng, heretter kalt K-S, for å beskrive dette. K-S kan uttrykkes ved

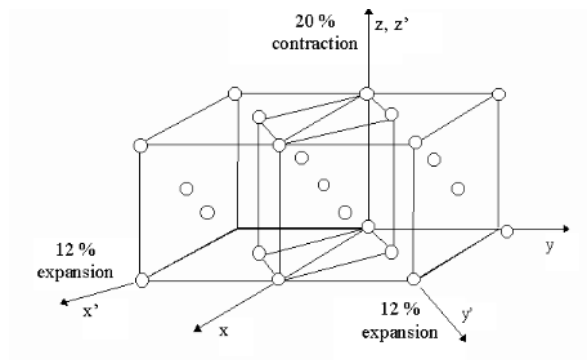
$$(111)_{\gamma} // (011)_{\alpha} [101]_{\gamma} // [111]_{\alpha} [29]$$

På grunn av symmetri, kan en krystall, dvs. et korn, i FCC resultere i 24 forskjellige varianter av BCC hvis K-S orienteringen oppfylles [30]. Seks forskjellige BCC-varianter kan vokse fra de fire tettpakkede  $\{111\}_\gamma$  planene. I følge teorien har de 24 forskjellige BCC variantene like stor sannsynlighet til å bli dannet fra en FCC orientering [31]. De 24 variantene av BCC som kan dannes fra et austenittkorn med kubeorientering kan plottes i en standard  $\{100\}$ polfigur som vist i figur 8.



**Figur 8:** Standard  $\{100\}$ polfigur med de 24 martensittvariantene som kan dannes fra en austenitt orientering [32].

BCC-orienteringen er angitt med romertall (I-IV) etter hvilket tettpakket austenittplan de er parallelle til. De seks variantene som tilhører hvert tettpakket plan er angitt ved tallene 1-6. Ved hjelp av denne polfiguren kan man bruke eksperimentelle data til å bekrefte eller avkrefte K-S orienteringssammenheng [13]. I de senere år er det gjort flere forsøk på å kartlegge K-S sammenhengen, og flere eksperimenter har vist at ved strekkforsøk, vil enkelte varianter favoriseres fremfor andre [13]. Glidesystemet til den opprinnelige fasen, korn grense orienteringen og spenning påvirker hvilken K-S variant som dannes under transformasjonen. Flere eksperimenter har påvist at hvilke varianter som dannes avhenger av krystallorienteringen til de ulike variantene i forhold til spenningsaksen. Alle de 24 K-S variantene har en kompresjonsakse og to spenningsakser til martensitttransformasjonen [33]. Dette henger sammen med Bain transformasjonen og er illustrert i figur 9 [34].

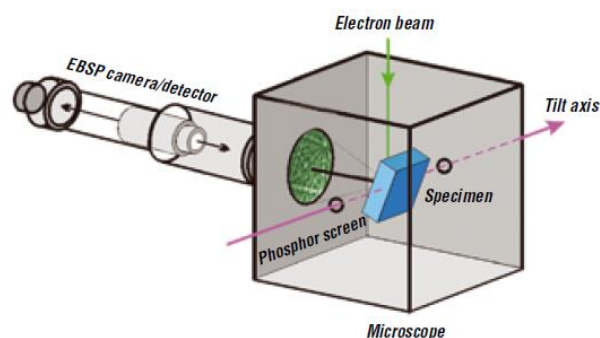


**Figur 9:** Kompresjons og spenningsakser til martensittransformasjonen [34]

Figuren illustrerer en BCT krystall dannet av to FCC krystaller. X og Y aksene er spenningsakser, og Z aksene er kompresjonsakse. Når spenning blir påført materialet, er det naturlig at K-S variantene med spenningsakser som er nær parallell med aksene til den påførte spenningen har størst sannsynlighet for å dannes [33, 35].

## 2.3 Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

Den konvensjonelle metoden for å se på martensittransformasjonen i stål har vært røntgendiffraksjon og elektrondiffraksjon i TEM. Disse to metodene har imidlertid sine begrensninger, og i det siste tiåret har Scanning Electron Microscope (SEM) og Electron Backscatter Diffraction (EBSD) vært effektive verktøy for karakterisering av materialer [36]. EBSD er en teknikk der SEM benyttes til å analysere mikrostrukturen til en prøve basert på krystallografisk analyse [37]. Denne teknikken er brukt i dette arbeidet for å kartlegge martensittransformasjonen til et 304 stål. Figur 10 viser et typisk oppsett av EBSD.



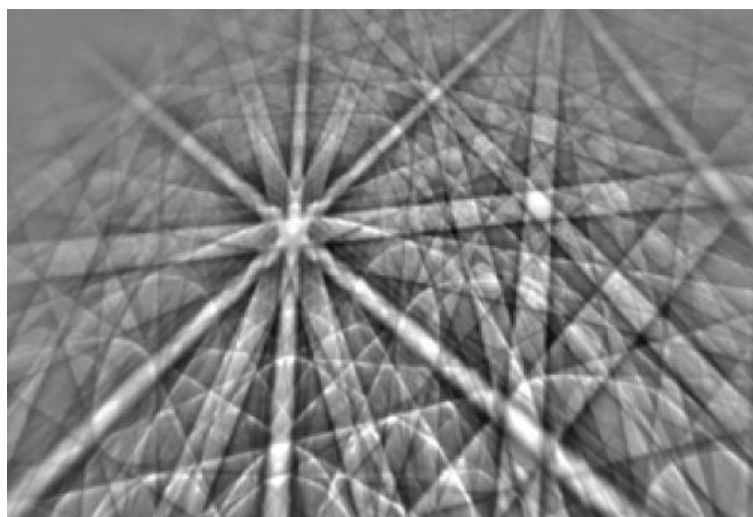
**Figur 10:** Skjematisk oppsett for EBSD i SEM [37]

Når elektronstrålen fra SEM treffer et krystallinsk materiale, vil vekselvirkninger oppstå i et volum omtrentlig 20 nm under prøveoverflaten. Det oppstår elastisk spredning i vekselvirkningsvolumet som produserer tilbakespredte elektroner. På vei ut av prøven diffrakteres de elektronene som treffer atomplan med en vinkel som oppfyller Braggs lov, gitt i likning 1 [38]

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta_B \quad (1)$$

Hvor  $n$  er et heltall,  $\lambda$  er bølgelengden til elektronene i den innkommende strålen,  $d_{hkl}$  er avstanden mellom de diffrakterte atomplanene, og  $\theta_B$  er Bragg-vinkelen.  $n$  er alltid lik en i EBSD, da det kun er 1. ordens diffraksjon som er synlig.

De diffrakterte elektronene danner parvis høyvinkelkjegler med åpningsvinkel lik  $180^\circ - 2\theta_B$  for hvert diffrakterte plan, og avbildes som to tilnærmet parallelle linjer på fosforskjermen. Avstanden mellom dem er  $2\theta_B$ , og området er opplyst. Dette kalles Kikuchi-bånd og avspeiler atomplan av det diffrakterte krystallvolumet [39]. Bredden og intensiteten på båndene er direkte relatert til avstanden mellom atomene i krystallplanet, og vinklene mellom båndene er relatert til vinklene mellom krystallplanene [40]. Figur 11 viser et typisk diffraksjonsmønster [39].



**Figur 11:** Eksempel på et diffraksjonsmønster fra en deformert Ni-Cu legering [41].

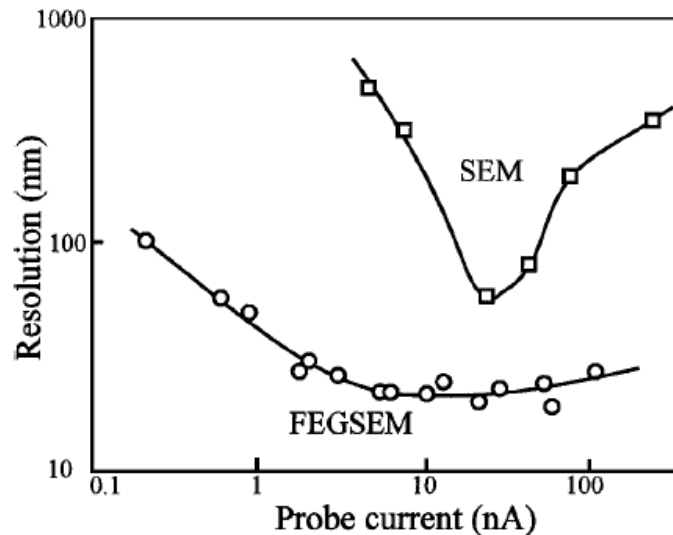
Prøven er vippet  $70^\circ$  slik at flest mulig av de diffrakterte elektronene treffer fosforskjermen. Skjermen omdanner de diffrakterte elektronene til lys som kan fanges opp av et Charged-Coupled Device (CCD) kamera [40]. Over 95 % av de tilbakespredte elektronene som treffer fosforskjermen, vil være uelastisk spredt og kun bidra til støy i bildet [42].

Programvaren NORDIF 1.4.0 brukes for opptak og lagring av diffraksjonsmønstre. Her velger man et område man vil utføre et skann på. Forstørrelse, vippevinkel, akselerasjonsspennning og arbeidsavstand fra SEM fylles så inn, og opptak og kalibreringsinnstillinger for detektoren justeres. Dette omfatter opptakshastighet av diffraksjonsmønsteret (frame rate), eksponeringstid, binning og elektronisk signalforsterkning i kameraet (gain). Når disse er optimal, blir en bakgrunnsutstraksjon utført. Prøveområdet skannes da raskt for å få diffraksjonsmønstre fra flere korn, og gjennomsnittet fra disse diffraksjonsmønstrene trekkes fra under diffraksjonsmønstre som skal indiseres. Dette gir bedre diffraksjonsmønstre ved senere indisering [43]. Deretter velges en rekke kalibreringspunkt for mønsteret. Steglengde velges, og skannet utføres over det valgte området.

### 2.3.1 Operasjonsparametere i SEM

For å oppnå gode diffraksjonsmønstre er det viktig å bruke de riktige operasjonsparametere i SEM og i program for opptak av EBSD-mønstret. Vakuum, strålestrøm, akselerasjonsspenning, arbeidsavstand, forstørrelse og steglengde er viktige parametere for å oppnå gode resultater. Det er viktig med god oppløsning når man studerer små martensittfraksjoner i stål med austenittisk struktur.

En økning av strålestrøm vil øke antall elektroner som bidrar til diffraksjonsmønstret, noe som gjør at eksponeringstiden til CCD-kameraet kan kortes ned og et område kan scannes raskere. Økningen av strålestrømmen vil følgelig gi en større strålediameter, og dermed en dårligere oppløsning [39]. I FESEM (Field Emission SEM) er ikke oppløsningen like mye berørt av bredere strålediameter, og strålestrømmen kan økes uten å ta hensyn til effekten av større strålediameter. Dette gjøres ved å brukes en større apertur slik at flest mulig elektroner slipper gjennom [44]. I Zeiss Ultra FESEM brukes apertur med åpning på 300  $\mu\text{m}$ . Figur 12 viser hvordan oppløsningen varierer som funksjon av strålestrømmen i en konvensjonell SEM og FESEM.

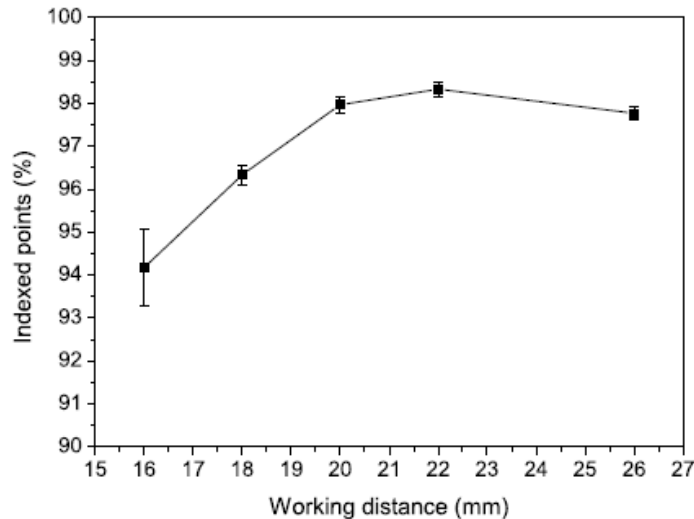


**Figur 12:** Oppløsning som funksjon av strålestrøm i en konvensjonell SEM og FESEM (Field emission gun SEM) [44]

Akselerasjonsspenningen har innvirkning på bølgelengden og dermed bredden til Kikuchi-båndene. Ved å øke akselerasjonsspenningen blir bølgelengden kortere, Kikuchi-båndene smalere, og dermed lettere å detektere [39]. Høyere akselerasjonsspenning vil på den andre siden medføre at elektronstrålen får en dypere inntrengningsdybde, og den romlige oppløsningen blir dårligere som følge av at diffraksjonsmønstrene kommer fra et større prøvevolum. Spenningen blir dermed et kompromiss, og for EBSD er det vanlig å bruke 20 kV [45].

Oppløsningen i EBSD blir bedre ved lav arbeidsavstand. Dette vil imidlertid gjøre at Pattern Center (PC) forflytter seg lenger opp på fosforskjermen slik at diffraksjonsmønstret blir mangelfullt i nedre del. Arbeidsavstanden vil derfor også være avhengig av størrelsen på fosforskjermen. Arbeidsavstanden vil også virke inn på hvor mange punkter som blir korrekt indisert ved skanning av området [46]. Dette er illustrert i figur 13.



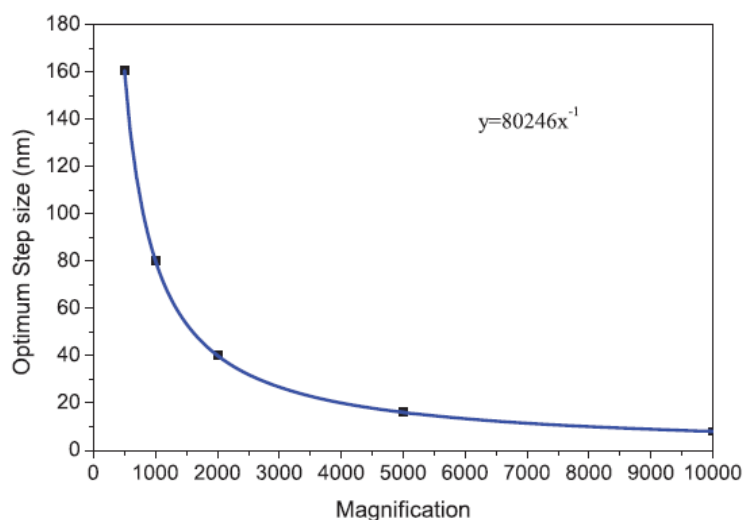


**Figur 13:** Antall korrekt indiserte punkter (%) som funksjon av arbeidsavstand(mm) i en Zeiss Ultra 55 FEGSEM [46]

Antall registrerte punkter øker med økende arbeidsavstand opp til omtrent 22 mm før det flater ut og avtar. Den optimale arbeidsavstanden vil ligge på omtrent 20-24 mm for det aktuelle systemet, som er en Zeiss Ultra 55 FEGSEM.

Vakuüm i prøvekommeret er viktig for å unngå kontaminering som følge av elektronstrålen. Når et område på prøveoverflaten skannes flere ganger, kan elektronstrålen deponere hydrokarboner på overflaten, som videre fører til kontaminering. Dette kan gi dårlig diffraksjonsmønster. Dette vil ikke være noe problem i Zeiss Ultra FESEM dersom vakuümet er bedre enn  $6.1 \times 10^{-5}$  Pa [46].

Steglengde er viktig i forbindelse med EBSD da parameteren bestemmer fraksjonen av registrerte punkter over et område. Den vil være avhengig av forstørrelsen, og sammenhengen kan ses i figur 14 [46].



**Figur 14:** Optimal steglengde(nm) som funksjon av forstørrelse [46].

## 2.3.2 Indisering og analyse av diffraksjonsmønstre

Ved hjelp av programmet TSL OIM Data Collection 5.32 blir Hough transformasjonen brukt til å identifisere Kikuchi båndene fra diffraksjonsmønsteret. Transformasjonen mellom koordinatene  $(x,y)$  i diffraksjonsmønsteret til koordinatene  $(\rho,\theta)$  i Hough rommet er gitt ved likning 2

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (2)$$

Kikuchi-båndene transformeres til lyse regioner i Hough rommet som brukes til å beskrive kontrasten i Kikuchi-båndene. Videre blir geometrien til båndene brukt for å finne orienteringen. En kalibreringsprosess utføres i forkant av indisering. Dette gjøres for å identifisere posisjonen til det skannede området i forhold til fosforskjermen. Fasene som materialet består av blir lagt inn i programmet, og posisjonen til Pattern Center (PC) blir definert. PC er punktet som gir den korteste normalavstanden mellom det genererte punktet på diffraksjonsmønsteret og fosforskjermen. x- og y-koordinatene til PC definerer plasseringen på fosforskjermen, og z-koordinaten sier noe om avstanden mellom fosforskjermen og prøven [39].

Confidence Index (CI), Fit og Image Quality (IQ) er tre viktige parametere i forbindelse med bestemmelse av kvaliteten på det indiserte diffraksjonsmønsteret.

**Confidence index (CI)** er et tall mellom 0 og 1, og definert ved sammenhengen

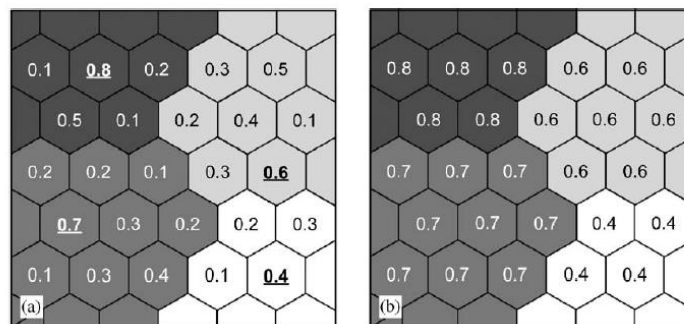
$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{ideal}} \quad (3)$$

Der  $V_1$  og  $V_2$  er orienteringen programvaren mener er mest og nest mest sannsynlig, og  $V_{ideal}$  er det totale antall Kikuchi bånd tripletter tilgjengelig. Hvis et punkt har en CI verdi lik -1, er punktet definert som ikke indiserbart [47]. CI verdien minker med minkende kvalitet på diffraksjonsmønsteret, men den er ikke direkte relatert til bildekvaliteten. For eksempel kan det opprinnelige diffraksjonsmønstre i nærheten av korngrenser være av god kvalitet, mens det resulterende indiserte mønsteret vil være en blanding av orienteringene til de to forskjellige kornene. Her må programmet velge mellom en av de to orienteringene, og dermed blir CI-verdien lav [48].

**Image Quality (IQ)** beskriver kvaliteten på diffraksjonsmønsteret, og blir påvirket av en rekke faktorer. Perfeksjonen til krystallgitteret i diffraksjonsvolumet, prøvepreparering, overflateforurensninger, fase og orientering vil ha innvirkning denne parameteren [49]. IQ verdien til et punkt er definert som gjennomsnittlig høyde på detekterte topper i Hough transformasjonen multiplisert med 5 [50]. Punkter med høy IQ verdi blir lyse og punkter med lav IQ verdi avbildes som mørke [48].

**Fit** beskriver den gjennomsnittlige vinkelforskjellen mellom de detekterte båndene i diffraksjonsmønsteret og de korresponderende rekonstruerte båndene fra løsningen til programmet [51].

De indiserte dataene analyseres i programmet TSL OIM Analysis 6.1. I programmet kan man se på bildekvaliteten og kjøre rensefunksjoner på skannet. Programmet kan brukes til å lage fasekart, IQ-kart, invers polfigur og invers polfigurkart. Det finnes mange muligheter i TSL OIM Analysis avhengig av hva man ønsker å oppnå, men man bør bruke programmet med omhu for ikke å manipulere resultatene [19]. I noen av resultatene er det valgt å bruke rensefunksjonen Grain CI Standardization. Når et punkt med lav CI-verdi er omgitt av punkter med samme orientering og høyere CI-verdi, vil rensefunksjonen oppgradere CI-verdien til den samme som det punktet med høyest CI-verdi og samme orientering. Dette gjøres fordi det er stor sannsynlighet for at dette punktet er rett indisert [52]. Figur 15 illustrerer rensefunksjonen Grain CI Standardization.



**Figur 15:** Rensefunksjonen Grain CI Standardization illustrert. a) før og b) etter utført standardisering. Samme gråtone representerer samme orientering [53].

Som tidligere nevnt, kan man ved hjelp av programmet se på polfigurer for å bekrefte eller avkrefte K-S orientingssammenheng. I tillegg kan man forstørre og analysere enkelte områder av diffraksjonsmønsteret og se på hvilken orientering de enkelte kornene har. Man kan også lage Schmidt kart for å se på hvilke korn det mest sannsynlig oppstår slipp ved strekkforsøk. Fremgangsmåten for dette er presentert i vedlegg V.

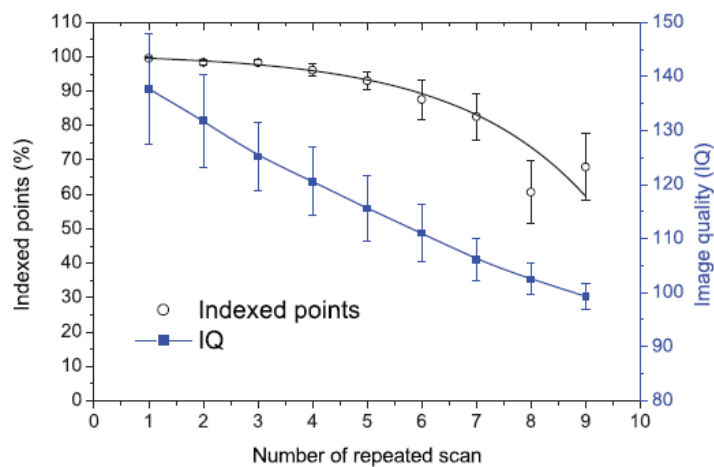
### 2.3.3 In situ EBSD karakterisering

EBSD har blitt en veletablert teknikk innenfor materialkarakterisering, men teknikken er relativt ung, og nye applikasjoner utvikles stadig. EBSD og OIM systemet kan brukes i kombinasjon med annet utstyr til å utføre in situ undersøkelser. Ved in situ undersøkelser kan man se på endringer i mikrostrukturen direkte mens de pågår. Teknikken kan benyttes til å studere deformasjonsmekanismer i forskjellige materialer og endringer ved temperaturvariasjoner [54].

Hastigheten på EBSD systemet er viktig i forbindelse med in situ forsøk. Tradisjonelt har indiseringen av diffraksjonsmønsteret foregått online direkte under kjøring av EBSD, men per i dag er offline indisering mye brukt. Ved offline indisering øker hastigheten på systemet betraktelig. Diffraksjonsbildene lagres på harddisk og blir indisert i etterkant av skannet.

Vakuüm er en viktig parameter ved in situ forsøk. Kontaminasjon på prøveoverflaten oppstår ved at elektronstrålen reagerer med gasser i prøvekommeret, noe som fører til at det dannes et hydrokarbonlag på prøveoverflaten [46]. Dette ansees som det største problemet knyttet til in situ forsøk ved lave temperaturer [15]. Når det samme området skannes flere ganger, vil det

være en større fare for at kontaminasjon oppstår på overflaten. Effekten av kontaminasjon ved repeterende skann er illustrert i figur 16 [46].



**Figur 16:** Fraksjon indiserte punkt og IQ-verdi som følge av gjentatte skann [46].

Figur 16 illustrerer at fraksjon indiserte punkt holder seg relativt stabil ved de fire første skannene før det avtar gradvis. IQ-verdien er i større grad påvirket av kontaminasjon, og verdien vil avta lineært fra skann nummer en [46].

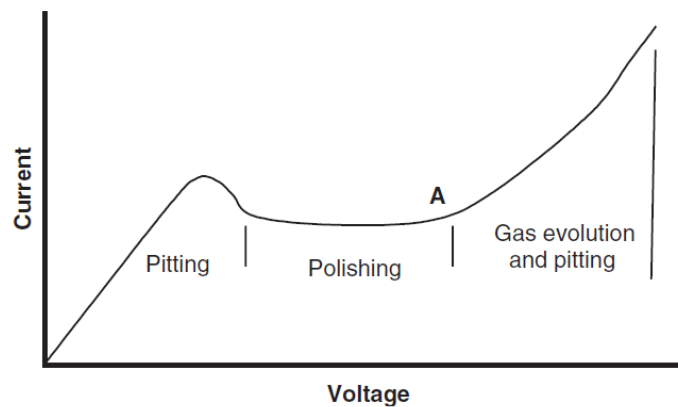
I 2009 ble det for første gang rapportert om in situ forsøk ved lave temperaturer i SEM. Morten Karlsen med flere studerte deformasjonsindusert martensitt i et supermartensittisk rustfritt stål. Dette ble gjort ved hjelp av in situ strekktesting ved temperaturer fra -60 °C til 150 °C ved NTNU. Arbeidet påviste martensittdannelse som følge av lav temperatur og deformasjon, og det er blitt gjort flere tilsvarende forsøk ved NTNU de siste årene [13, 15, 11, 12, 14]. I 2010 utførte Olav Kigen Bjerling in situ EBSD karakterisering av sprekkevekst i et HSLA-stål ved -60 °C i sin masteroppgave ved NTNU. Bjerling konkluderte med at det var mulig å følge en propagerende sprekke ved -60 °C ved hjelp av in situ og EBSD. Prøvene ble sveisesimulert i forkant av strekkingen for å oppnå en ikkelikevektstruktur. Det ble ikke observert problemer med kontaminasjon i arbeidet, og det er konkludert med at ved å bruke lang tid på å oppnå godt vakuum i prøvekammeret, vil ikke kontaminasjon være et problem [14]. Masterstudent Jonas Hovde Pedersen utførte i 2011 in situ strekkforsøk med EBSD karakterisering av et HSLA stål ved romtemperatur og -60 °C. Det er konkludert med at in situ forsøk i kombinasjon med EBSD og nedkjøling kan gi verdifull kunnskap om lavtemperaturoppførsel under deformasjon av HSLA stål. Her er det rapportert om horisontale linjer som mest sannsynlig skyldes drift i prøven under forsøkene [12]. Det samme er observert i Truls Gruben Sætran sin oppgave «Utvikling av metode for bråkjøling i SEM og in situ EBSD-karakterisering av fasetransformasjoner i F 70 stål» fra 2012. I Gruben Sætran sin masteroppgave ble det utviklet en metode for å bråkjøle oppvarmede prøver inne i SEM med en maksimal kjølehastighet på 40 °C/s. Årsaken til driften er ikke diskutert i noen av oppgavene, men erfaringsmessig oppstår dette hovedsakelig i forbindelse med oppvarming av prøven [11, 12]. En begrensning i forhold til utstyret slik det er i dag, er at in situ strekktestingen og EBSD opptaket må gjøres i sekvenser. Hastigheten på systemet er for lav til at opptakene kan gjøres under selve strekkingen, og dette fører til at man må strekke en bestemt prosent, stoppe maskinen og utføre skannet [15]. Ved å bruke lengre tid, oppstår det mer kontaminasjon på prøveoverflaten, noe som vil gi dårligere kvalitet på EBSD mønsteret. Derfor er det ønskelig å bruke så kort tid som mulig på prosessen.

## 2.3.4 Prøvepreparering

Første steg for å oppnå gode diffraksjonsmønstre er å preparere prøven slik at mønstrene kan fanges opp av systemet. Det er kun de øverste 10-50 nanometerne av prøveoverflaten som danner diffraksjonsmønsteret, og det er viktig at dette laget er fri for deformasjoner, spenninger, forurensninger og oksidlag [55]. I tillegg skal prøveoverflaten være plan for å få gode, pålitelige diffraksjonsmønstre [56]. Dette oppnås ved hjelp av mekanisk polering.

Prøveoverflaten slipes med SiC-papir med økende grad av finhet, og vann brukes som lubrikant for å fjerne avslipt material. Deretter poleres materialet for å fjerne noe av deformasjonen fra sliping. Under poleringen har man flere variabler å tenke på, som type abrasjonsmiddel, poleringsduk og suspensjonsmedium [55].

Den mekaniske sliping og poleringen gjør overflaten tilstrekkelig plan, men forårsaker en viss grad av ny deformasjon i overflaten. Metaller er spesielt følsom for mikrospenninger i overflaten ved bruk av mekaniske prepareringsmetoder, og for å få fjernet dette er det nødvendig med et ekstra steg i prepareringen for å få gode diffraksjonsmønstre. En metode som har vist seg å gi gode resultater ved opptak av EBSD mønster, er elektroplering [56]. Prøven er montert som anode i en elektrolytisk celle, og overflaten fjernes elektrolytisk uten mekanisk deformasjon. Tykkelsen på anodefilmen holdes konstant, og strøm-spenning justeres slik at den opprettholdes [55]. Det er flere parametere å tenke på, og spesielt tid og spenning er viktig for å oppnå et godt resultat ved elektroplering [55]. Figur 17 viser en teoretisk strømtetthet-spenningskurve for elektroplering.



**Figur 17:** Teoretisk strømtetthet-spenningskurve for elektroplering [56].

Diagrammet i figur 17 illustrerer den optimale spenningen og strømtettheten for elektroplering av et materiale. Ved å holde seg i strømtetthet-spenningsområdet «polishing», vil man ikke få overetsing eller groptæring på prøveoverflaten. Det finnes forskjellige elektrolytter for forskjellige materialer, og det er viktig å velge den riktige løsningen slik at polering oppstår. For stål er det vanlig å bruke elektrolyttene A2 og A3. Variabler som påvirker den anodiske filmen er material, maskestørrelse, elektrolytt, spenning, temperatur, strømningshastighet og tid [55]. Tabellene i Figur 18 viser Struers anbefalinger for elektroplering av et høyt- og lavlegert stål.

Table 1 Plain carbon steel, low alloy steel		Table 2 High alloy steels	
Electrolyte:	A2*	Electrolyte:	A3*
Area:	1 cm <sup>2</sup>	Area:	1 cm <sup>2</sup>
Voltage:	40 V	Voltage:	35 V
Flowrate:	14	Flowrate:	13
Time:	12 s	Time:	25 s

**Figur 18:** Struers anbefalinger for elektropolering av et høyt- og lavlegert stål [37].

# 3 Eksperimentelt

## 3.1 Materialet

Materialet som ble brukt i eksperimentet er et austenittisk rustfritt AISI 304 stål. Den kjemiske sammensetningen til materialet kan ses i tabell 2.

*Tabell 2: Kjemisk sammensetning til prøvematerialet [57].*

Element	C	Si	Mn	P	Cr	S	Ni	Mo	Nb	V	Ti	Cu	Al
%	0,06	0,28	1,9	0,014	18	<0,001	8,6	0,38	0,01	0,09	0,01	0,29	0,01

## 3.2 Prøvepreparering

Prøvene ble preparert for EBSD ved mekanisk sliping og elektroplering i trinnene beskrevet nedenfor.

1. Våtsliping på SiC papir med økende finhet; 320,800,1200,2400.
2. Elektroplering med A2 elektrolytt i 30 sekunder.
3. Rensing i ultralydbad med aceton i 3-4 minutter.
4. Plasmarens i vakuum i 5 minutter med Fischione 1020.

Parameterne for elektropleringen ble valgt på grunnlag av Struers sine anbefalinger for høylegert stål [37]. Elektrolytt A2 ble valgt på grunnlag av anbefalinger fra veileder Morten Karlsen.

*Tabell 3: Kjemisk sammensetning til A2 elektrolytt.*

Kjemisk stoff	ml
Perchloric acid	78
Water	120
Ethanol	700
Butyl Cellosolve	100

Selve elektropleringen ble utført ved hjelp av en Struers Lectropol-5. Oversikten over de parameterne som ble brukt kan ses i tabell 7.

*Tabell 4: Parametere ved elektroplering.*

<b>Elektrolytt</b>	A2
<b>Spenning [V]</b>	35
<b>Tid[s]</b>	30
<b>Strømningshastighet</b>	12
<b>Temp [°C]</b>	22
<b>Areal [cm<sup>2</sup>]</b>	1

### 3.3 SEM og EBSD

Elektronmikroskopet som ble brukt er Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition, og er av typen Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM). Mikroskopet gir teoretisk en strålestrøm på 100nA. Under eksperimentene leverte elektronmikroskopet en strålestrøm på 62 nA. Innstillinger brukt i SEM er presentert i tabell 5

*Tabell 5: Innstillinger for SEM*

<b>Akselerasjonsspenning</b> [kV]	20
<b>Arbeidsavstand</b> [mm]	23-24
<b>Aperturdiameter</b> [μm]	300
<b>Vippevinkel</b> [°]	70

En Nordif UF-300 EBSD-detektor tok opp diffraksjonsmønsteret som videre ble lagret i Nordif 1.4.0. Opptaks og kalibreringsinnstillinger for NORDIF programvare er gjengitt i tabell 6.



**Tabell 6:** Opptaks og kalibreringsinnstillinger for NORDIF programvare

<b>Opptaksinnstillinger</b>	
Hastighet [fps]	400
Oppløsning [px]	96x96
Eksponeringstid [ $\mu$ s]	2462
Gain	2
<b>Kalibreringsinnstillinger</b>	
Hastighet [fps]	100
Oppløsning [px]	120x120
Eksponeringstid [ $\mu$ s]	3000
Gain	4

Dataene ble indisert offline i programvaren TSL OIM Data Collection 5.32, og videre analysert i TSL OIM Analysis 6. Ved indisering ble Hough innstillingene optimalisert. Disse er gjengitt i tabell 7

**Tabell 7:** Hough innstillinger for TSL OIM Data Collection

<b>Binned Pattern size</b>	96
<b><math>\theta</math> steglengde</b>	1°
<b>Rho fraction</b>	90 %
<b>Min. peak count</b>	3
<b>Max. peak count</b>	7
<b>Hough type</b>	Classic

### 3.3.1 Opptak og indisering av diffraksjonsmønster

Det ble tatt opp diffraksjonsmønster av prøver i fire forskjellige situasjoner. Kap 3.3.1.1 beskriver opptak av diffraksjonsmønster til prøver som ble nedkjølt i flytende nitrogen, kap 3.3.1.2 tar for seg opptak av diffraksjonsmønster ved in situ strekktesting, og kap. 3.3.1.3 illustrerer fremgangsmåte for in situ strekktesting ved lave temperaturer. Kap. 3.3.1.4 illustrerer fremgangsmåte for undersøkelser av deformerte prøver etter strekk.

To prøver ble undersøkt ved nedkjøling i flytende nitrogen. Totalt 5 prøver ble undersøkt ved in situ strekktesting. Prøve nummer 1,2 og 3 ble strekt til 8 %, 10 % og 12 %. Prøve nummer 4 og 5 ble strekt ved lav temperatur til 12 %. Avslutningsvis ble en av prøvene som var strukket til 12 % ved romtemperatur, og en som var strukket til 12 % ved -47 °C, pusset, elektropolert og undersøkt på nytt i SEM for å verifisere hvor mye martensitt som var dannet.

Dette ble gjort da strekktestingen ved såpass høy prosent ga mye topografi på prøvene, noe som gir upålitelige resultat med dårlig kvalitet.

Ved in situ forsøkene ble skannene indisert ved to forskjellige kalibreringsmetoder. Dette ble gjort for å undersøke om det er mulig å forenkle opptaksprosessen, og dermed korte ned tiden i SEM ved opptak av mange diffraksjonsmønstre av det samme området ved for eksempel strekk. Den forenklete kalibreringsmetoden går ut på at man bruker kalibreringspunktene for det første skannet ved indisering av alle skannene over området. Slik unngår man å ta opp nye kalibreringspunkt for hvert skann. Alle filene fra det første skannet unntatt selve filen med mønsteret gjenbrukes ved indisering av alle skannene. For at dette skal fungere, må alle innstillingene i NORDIF programmet være like for alle skannene. Fremgangsmåte for denne metoden er vist i vedlegg IV, og resultatene fra denne delen er presentert i kapittel 4.1 Indisering under resultater.

### **3.3.1.1 Prøver kjølt i flytende nitrogen**

To prøver ble prøvepreparert som beskrevet i kap.3.2 Prøvepreparering og undersøkt i SEM. Deretter ble prøvene kjølt ned i flytende nitrogen, rensset, og nye undersøkelser ble gjort av de samme områdene.

Prøvene ble prøvepreparert og deretter montert i elektronmikroskopet. Akselerasjonsspenning, aperturdiameter og forstørrelse ble stilt inn. Fokus, arbeidsavstand, stigmator og wobble ble optimalisert før prøven gradvis ble vippt til 70°. Innstillingene for SEM er presentert i tabell 5. Skannene ble utført ved en forstørrelse på 650 X.

EBSD-detektoren ble koblet inn, og programvaren NORDIF 1.4.0 ble startet opp. Deretter ble parameterne fra elektronmikroskopet ført inn i programvaren, og opptaks- og kalibreringsinnstillinger ble optimalisert. Disse er presentert i tabell 6. Interesseområde ble valgt og skannet ble utført. Parameter for interesseområdet er gjengitt i tabell 8.

**Tabell 8: Innstillinger brukt i NORDIF**

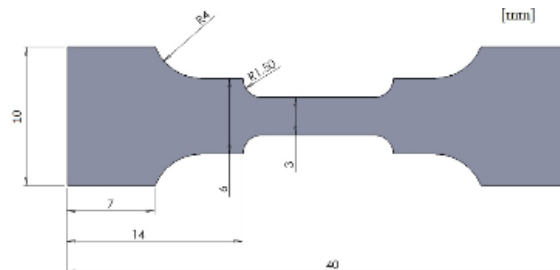
<b>Interesseområde</b>	
Lengde [ $\mu\text{m}$ ]	80
Bredde [ $\mu\text{m}$ ]	80
Step size [ $\mu\text{m}$ ]	0,15

Dataene ble indisert offline i programvaren TSL OIM Data Collection 5.32. BCC og FCC ble valgt som indiseringfaser, og Hough-innstillingene ble optimalisert. Disse er gjengitt i tabell 7.

TSL OIM Analysis ble brukt til å studere mikrostrukturen. Det ble laget et invers polfigurkart og fasekart til bildene. Disse er presentert i resultater.

### 3.3.1.2 *In situ strekktesting ved romtemperatur*

Tre prøver ble undersøkt under strekktesting ved romtemperatur. Prøvene ble preparert som beskrevet i kapitel 3.2 Prøvepreparering. Figur 19 viser prøvegeometrien til prøvene, og figur 20 viser en ferdig preparert prøvestav.

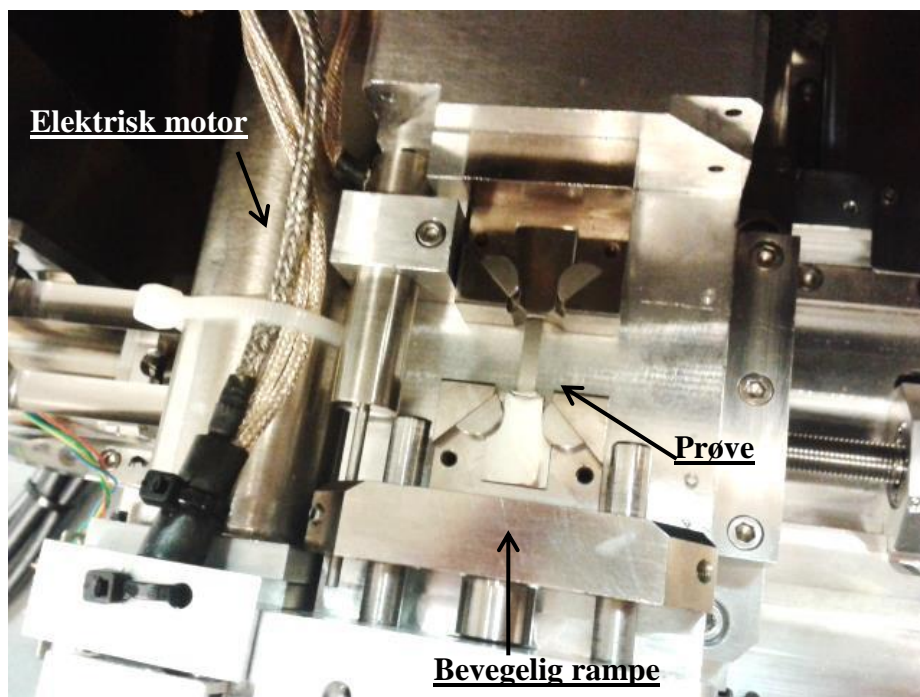


**Figur 19:** *Prøvegeometri til prøvestavene [13].*



**Figur 20:** *Ferdig preparert prøvestav.*

Prøvene ble undersøkt ved forskjellig grad av forlengelse under strekkforsøkene. Dette gjøres ved hjelp av et spesialbygd strekkbord som er laget for bruk i elektronmikroskopet. Fremgangsmåte for montering av strekkbord og prøver samt strekking er presentert i vedlegg II og III. Denne fremgangsmåten er opprinnelig utviklet av Jonas Hovde Pedersen i forbindelse med hans masteroppgave i 2011 [12]. Underveis i dette arbeidet, er fremgangsmåten blitt modifisert etter ønske fra veileder Jarle Hjelen. Figur 21 viser strekkbordet som er benyttet i dette arbeidet.



**Figur 21:** Strekkbordet benyttet i det eksperimentelle arbeidet med forklaring av ulike deler.

Opplysninger om strekkbordet er gitt i tabell 9.

**Tabell 9:** Opplysninger om strekkbordet [13].

<b>Ytre dimensjon</b> [mm <sup>3</sup> ]	155 x 95 x 45
<b>Vekt</b> [kg]	1,6
<b>Belastningsområde</b> [kN]	0-5

Etter at prøven ble montert, ble akselerasjonsspenning, aperturdiameter og forstørrelse stilt inn. Fokus, arbeidsavstand, stigmator og wobble ble optimalisert før prøven gradvis ble vippt til 70°. Innstillingene for SEM er presentert i tabell 5. Skannene ble utført ved forstørrelse 800X og vakuum på  $2,1 \times 10^{-6}$ ,  $2,5 \times 10^{-6}$  og  $8,5 \times 10^{-7}$  Torr.

EBS-detektoren ble koblet inn, og programvaren NORDIF 1.4.0 ble startet opp. Deretter ble parameterne fra elektronmikroskopet ført inn i programvaren, og opptaks- og kalibreringsinnstillinger ble optimalisert. Disse er presentert i tabell 6. Interesseområdet ble valgt, og skannet ble utført. Parametere for interesseområdet er gjengitt i tabell 10.

**Tabell 10:** Innstillinger brukt i NORDIF ved strekkforsøk i romtemperatur.

Interesseområde	
Lengde [ $\mu\text{m}$ ]	100
Bredde [ $\mu\text{m}$ ]	100
Step size [ $\mu\text{m}$ ]	0,2

Programmet RT traction ble startet, og prøvene ble strukket før et nytt skann ble utført over det samme området. Programmet RT traction er koblet til strekkbordet med en kabel, og strekkprosent angis i programmet. Det ble utført skann på prøve nummer 1 da den var strukket til 2,4,6 og 8 % og prøve nummer 2 da den var strukket til 2,4,6,8 og 10 %. Prøve nummer 3 ble strukket til 8 og 12 %. Fremgangsmåte for strekking ved hjelp av programmet RT Traction er presentert i vedlegg III. Figur 22 viser styringsmaskinen for strekkforsøket koblet til elektronmikroskopet.



**Figur 22:** Styringsmaskin for strekkforsøk koblet inn i elektronmikroskopet

Dataene ble indisert offline i programvaren TSL OIM Data Collection 5.32. BCC og FCC ble valgt som indiseringsfaser, og Hough-innstillingene ble optimalisert. Disse er gjengitt i tabell 7.

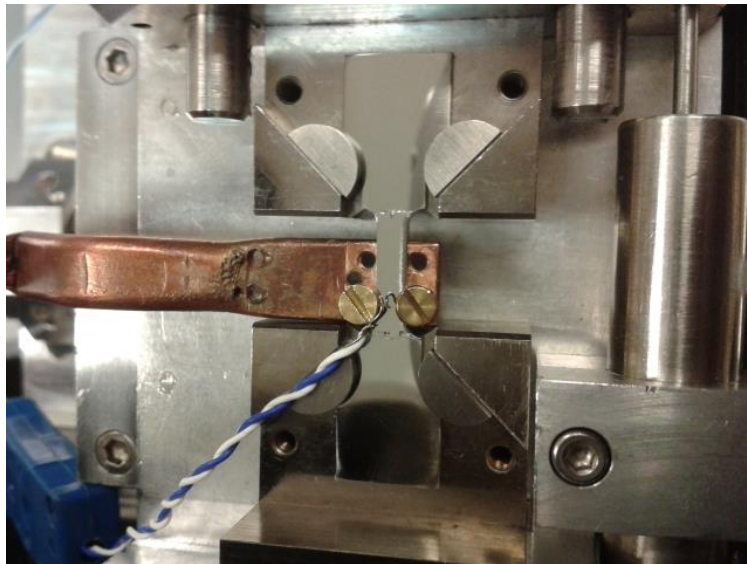
TSL OIM Analysis ble brukt til å studere mikrostrukturen. Det ble laget invers polfigur kart, IQ kart og fasekart som viser utviklingen i mikrostrukturen ved strekkforsøket. I tillegg ble det laget polfigurer som ble rotert til kubeorientering for å se på orientingssammenheng mellom austenitt og martensitt. Sliplinjer i prøve nummer 1 ble også studert ved å se på Schmid faktor i hvert enkelt korn. Fremgangsmåten for å lage et Schmid kart over området er presentert i vedlegg V. Resultatene fra TSL OIM Analysis er presentert i kapittel 4.3 In situ strekktesting under resultater.

### 3.3.1.3 *In situ strekktesting ved lave temperaturer*

To prøver ble strekt ved lave temperaturer. Prøvegeometri og strekkbord er likt det som ble brukt ved in situ strekktesting ved romtemperatur, og er beskrevet i kap 3.3.1.2 In situ strekktesting. Prøvene ble preparert som beskrevet i kapittel 3.2 Prøvepreparering.

Strekkbord og kaldfinger ble montert på SEM. Fremgangsmåte for montering av kaldfinger og kjøling er presentert i vedlegg II. Denne fremgangsmåten er opprinnelig utviklet av Jonas Hovde Pedersen i forbindelse med hans masteroppgave i 2011 [12]. Underveis i dette arbeidet, er fremgangsmåten blitt modifisert etter ønske fra veileder Jarle Hjelen.

Kaldfingeren er utviklet av Mario Kokolakis Søfferud i samarbeid med avdelingsingeniør Tor Nilsen ved EM lab, NTNU [15]. Den består av en flytende nitrogenholder som monteres på utsiden av elektronmikroskopet og en kobberstang som skrues i bunnen av termosens. Den andre enden av kobberstangen er bevegelig, og skrues på prøvestaven. Klosser av titan ble brukt for å holde prøven på plass. Temperaturen ble målt med termoelement type K mellom festeskruen og prøven. Figur 23 viser festeskruen til kaldfingeren montert på prøvestaven.



**Figur 23:** Festeskruen på kaldfingeren montert på prøvestaven

Etter at prøven ble montert, ble akselerasjonsspenning, aperturdiameter og forstørrelse stilt inn. Fokus, arbeidsavstand, stigmator og wobble ble optimalisert før prøven gradvis ble vippt til 70°. Innstillingene for SEM er presentert i tabell 5. Skannene ble utført ved forstørrelse 800X og vakuum på  $1,8 \times 10^{-6}$  og  $8,0 \times 10^{-7}$  Torr.

EBSD-detektoren ble koblet inn og termosens ble fylt med flytende nitrogen. Figur 24 illustrerer termosens for flytende nitrogen montert på utsiden av elektronmikroskopet og påfylling av flytende nitrogen.



**Figur 24:** Termos montert på utsiden av elektronmikroskopet, påfylling av flytende nitrogen.

Etter at temperaturen hadde stabilisert seg, omtrent 90 minutter etter påfylling, ble programvaren NORDIF 1.4.0 startet opp. Deretter ble parameterne fra elektronmikroskopet ført inn i programvaren, og opptaks- og kalibreringsinnstillinger ble optimalisert. Disse er presentert i tabell 6. Interesseområdet ble valgt, og skannet ble utført. Parametere for interesseområdet er gjengitt i tabell 11

**Tabell 11:** Innstillinger brukt i NORDIF ved strekkforsøk i romtemperatur

Interesseområde	
Lengde [ $\mu\text{m}$ ]	100
Bredde [ $\mu\text{m}$ ]	100
Step size [ $\mu\text{m}$ ]	0,2

Programmet RT traction ble deretter startet, og prøven ble strukket før et nytt skann ble utført over det samme området. Det ble utført skann på prøve nummer 4 da den var strukket til 2,4,6,8 og 12 %, og på prøve nummer 5 da den var strukket til 8 og 12 %.

Dataene ble indisert offline i programvaren TSL OIM Data Collection 5.32. BCC og FCC ble valgt som indiseringsfaser, og Hough-innstillingene ble optimalisert. Disse er gjengitt i tabell 7.

TSL OIM Analysis ble brukt til å studere mikrostrukturen. Det ble laget invers polfigur kart, IQ kart og fasekart som viser utviklingen i mikrostrukturen ved strekkforsøket. I tillegg ble det laget polfigurer som ble rotert til kubeorientering for å se på orienteringssammenheng mellom austenitt og martensitt. Enkelte områder ble forstørret og analysert for å studere martensittdannelsen.

Resultatene fra TSL OIM Analysis er presentert i kapitel 3.3 In situ strekktesting under resultater.

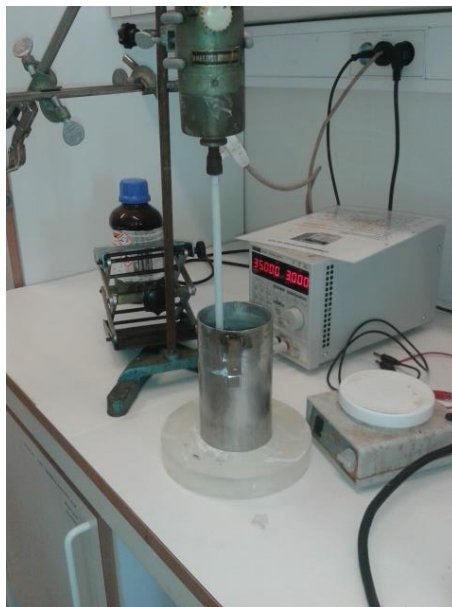
### 3.3.1.4 *Undersøkelser av deformerte prøver etter strekk*

Avslutningsvis ble prøve nummer 3, som ble strukket til 12 % ved romtemperatur, og prøve nummer 5, som ble strukket til 12 % ved lav temperatur, pusset, elektropolert og undersøkt i SEM på nytt. Dette ble gjort på grunn av at topografien i disse prøvene ga dårlig kvalitet på EBSD mønsteret, og derfor upålitelig martensittandel.

Prøvene ble prøvepreparert ved mekanisk sliping og elektropolering i trinnene beskrevet nedenfor.

1. Våtsliping på SiC papir med økende finhet; 1200,2400.
2. Elektropolering med A2 elektrolytt i 30 sekunder.
3. Rensing i ultralydbad med aceton i 3-4 minutter.
4. Plasmarens i vakuum i 5 minutter med Fischione 1020.

Elektropoleringen ble utført manuelt da Struers Lectropol- 5 var på ute av drift. Prøven ble holdt i elektrolytten, og koblet til en strømkilde. Metallkoppene som inneholdt elektrolytten ble koblet til den negative polen til strømkilden. Oppsettet er vist i figur 25.



*Figur 25: Oppsett for manuell elektropolering*

Prøven ble holdt med en tang, og prøveoverflaten som ikke skulle elektropoleres ble lakkert. Parameterne for elektropoleringen ble valgt på grunnlag av Struers anbefalinger for høylegert stål [37]. Elektrolytt A2 ble valgt på grunnlag av anbefalinger fra veileder Morten Karlsen. Parameterne for den manuelle elektropoleringen kan ses i tabell 12.



**Tabell 12:** Parametere ved manuell elektroplering.

<b>Elektrolytt</b>	A2
<b>Spenning [V]</b>	35
<b>Tid[s]</b>	30
<b>Temp [°C]</b>	22
<b>Areal [cm<sup>2</sup>]</b>	1

Prøvene ble deretter montert i elektronmikroskopet. Akselerasjonsspenning, aperturdiameter og forstørrelse ble stilt inn. Fokus, arbeidsavstand, stigmator og wobble ble optimalisert før prøven gradvis ble vippt til 70°. Innstillingene for SEM er presentert i tabell 5. Skannet ble utført ved en forstørrelse på 800X.

EBS-detektoren ble koblet inn, og programvaren NORDIF 1.4.0 ble startet opp. Deretter ble parameterne fra elektronmikroskopet ført inn i programvaren, og opptaks- og kalibreringsinnstillinger ble optimalisert. Disse er presentert i tabell 6. Interesseområde ble valgt, og skannet ble utført. Parametere for interesseområdet er gjengitt i tabell 13.

**Tabell 13:** Innstillinger brukt i NORDIF

<b>Interesseområde</b>	
Lengde [ $\mu\text{m}$ ]	100
Bredde [ $\mu\text{m}$ ]	100
Step size [ $\mu\text{m}$ ]	0,2

Dataene ble indisert offline i programvaren TSL OIM Data Collection 5.32. BCC og FCC ble valgt som indiseringsfaser, og Hough-innstillingene ble optimalisert. Disse er gjengitt i tabell 7.

TSL OIM Analysis ble brukt til å studere mikrostrukturen. Det ble laget et invers polfigurkart og fasekart til bildene. Disse er presentert i resultater.



## 4 Resultater

Resultatene er delt inn i fire deler. Det første kapitelet, kapitel 4.1, tar for seg resultatene oppnådd ved å bruke to forskjellige kalibreringsmetoder på in situ forsøkene. Fremgangsmåten for dette ligger i vedlegg IV. Det andre kapitelet, kapitel 4.2, gjengir resultatene fra prøver som er kjølt i flytende nitrogen. Det tredje kapitelet, kap 4.3, presenterer resultatene fra alle in situ forsøkene. Prøve nummer 3 som ble strekt til 12 % ved romtemperatur ga ingen resultat på grunn av mye topografi, og er derfor utelatt fra disse resultatene. Det siste kapitelet presenterer resultatene fra de videre undersøkelsene av prøve nummer 3 og 5.

### 4.1 Kalibreringsmetode

For å teste den eksperimentelle metoden er prøvene ved in situ forsøkene i dette arbeidet kalibrert ved to forskjellige metoder. Metode en baserer seg på å bruke kalibreringspunktene for det første skannet ved indisering av alle skannene over området. Alle filene fra det første skannet unntatt filen med selve mønsteret gjenbrukes ved kalibrering av alle skannene. Fremgangsmåten for dette er presentert i vedlegg IV. Metode to er den metoden som brukes per i dag hvor man tar opp nye kalibreringspunkt for hvert skann. Prøve nummer 3 som ble strekt til 12 % ved romtemperatur ga ingen resultat på grunn av mye topografi, og er derfor utelatt fra resultatene. Resultatene for de to kalibreringsmetodene for prøve nummer 2, strukket ved romtemperatur, og prøve nummer 5, strukket ved  $-47\text{ }^{\circ}\text{C}$ , er presentert i vedlegg I.

Tabell 14 viser gjennomsnittlig Confidence Index (CI), Image Quality (IQ) og fit for de to forskjellige kalibreringsmetodene for prøve nummer 1 strukket til 8 % ved romtemperatur.

**Tabell 14:** Kvalitet på EBSD mønsteret til prøve nummer 1 ved to forskjellige kalibreringsmetoder

<b>Prøve 1, strekk ved romtemperatur</b>						
<b>Strekk</b>	<b>Metode 1</b>			<b>Metode 2</b>		
	CI	IQ	FIT	CI	IQ	FIT
<b>0 %</b>	0,72	248,39	0,85	0,74	248,39	0,71
<b>2 %</b>	0,69	222,85	0,91	0,71	229,45	0,75
<b>4 %</b>	0,64	186,47	0,99	0,67	194,91	0,84
<b>6 %</b>	0,57	155,36	1,10	0,61	164,95	0,95
<b>8 %</b>	0,50	132,76	1,19	0,56	142,29	1,07

Tabellen viser at for prøve nummer 1 gir kalibreringsmetode 1 litt dårligere kvalitet på mønsteret enn metode nummer to. Dette gir utslag i dårligere CI, IQ og fit verdier.

Tabell 15 viser gjennomsnittlig CI, IQ og FIT for de to forskjellige kalibreringsmetodene for prøve nummer 4 strukket til 12 % ved -51, 7 °C.

**Tabell 15:** Kvalitet på EBSD mønsteret til prøve nummer 4 ved to forskjellige kalibreringsmetoder

<b>Prøve 4, strekk ved -51, 7 °C</b>						
<b>%Strekk</b>	<b>Metode 1</b>			<b>Metode 2</b>		
	CI	IQ	FIT	CI	IQ	FIT
<b>0 %</b>	0,70	236,05	0,73	0,70	236,05	0,73
<b>2 %</b>	0,66	197,79	0,85	0,66	201,36	0,83
<b>4 %</b>	0,61	165,46	0,97	0,61	168,10	0,97
<b>6 %</b>	0,51	133,18	1,14	0,51	133,46	1,15
<b>8 %</b>	0,45	115,91	1,25	0,11	115,13	1,81
<b>12 %</b>	0,31	76,84	1,52	0,02	84,14	2,05

Tabellen viser at ved lav temperatur og høy strekkprosent, gir kalibreringsmetode nummer en bedre kvalitet enn kalibreringsmetode nummer to. Ved lav strekkprosent gir de to metodene samme CI verdi, men metode en gir dårligere IQ og fit verdier enn metode nummer to.

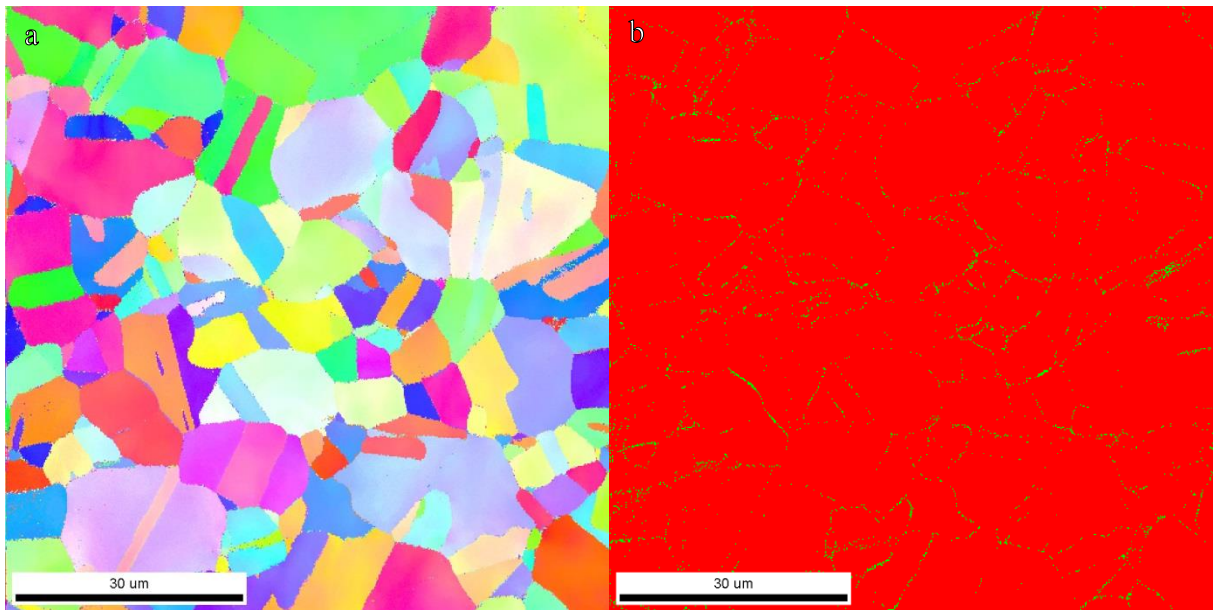
## 4.2 Prøver kjølt i flytende nitrogen

To prøver ble undersøkt før og etter kjøling i flytende nitrogen. Tabell 18 viser rådata for de to prøvene før og etter kjøling i flytende nitrogen. En svakhet med EBSD systemet er at målepunkter med dårlig kvalitet kan gi feilindisering. For å motvirke dette, er punkter med CI verdi under 0,05 fjernet for avlesning av andel martensitt i tabell 16.

**Tabell 16:** Rådata for prøve nummer 1 og prøve nummer 2 før og etter kjøling i flytende nitrogen

<b>Parameter</b>	<b>Prøve 1</b>		<b>Prøve 2</b>	
	Før nedkjøling	Etter nedkjøling	Før nedkjøling	Etter nedkjøling
<b>CI</b>	0,69	0,76	0,77	0,68
<b>IQ</b>	249	257	252	216
<b>Fit</b>	0,78	0,68	0,61	0,80
<b>Andel BCC (%)</b>	0,3	0,1	0,1	0,4

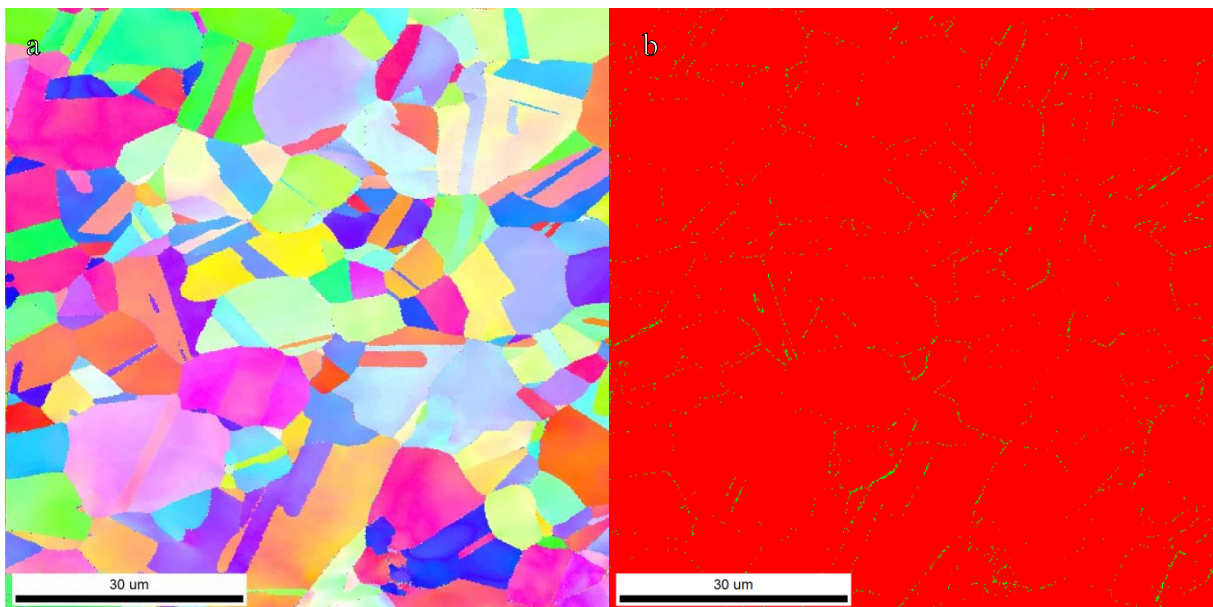
Figur 26 viser orienteringskart og fasekart for prøve nummer 1 før nedkjøling. I fasekartet representerer grønn martensitt og rød austenitt.



**Figur 26:** Orienteringskart(a) og fasekart(b) for prøve nummer en før nedkjøling. Grønn representerer martensitt, og rød representerer austenitt i fasekartet

Prøven er elektrolysert med elektrolytt A2 i 30 sekund. Gjennomsnittlig IQ, FIT og CI verdier er henholdsvis 249,0,69 og 0,78. Andel martensitt er 0,3 %.

Figur 27 viser orienteringskart og fasekart for det samme området etter at prøven er nedkjølt i flytende nitrogen. I fasekartet er grønn martensitt og rød austenitt.



**Figur 27:** Orienteringskart(a) og fasekart(b) for prøve nummer en etter nedkjøling. . Grønn representerer martensitt, og rød representerer austenitt i fasekartet

Gjennomsnittlig IQ, FIT og CI verdier er henholdsvis 257,0,68 og 0,76. Andel martensitt etter kjøling er 0,1 %, noe som konstaterer at det ikke har blitt dannet ny martensitt etter nedkjøling. IPF- og fasekart fra prøve nummer 2 representert i vedlegg I.

## 4.3 In situ strekktesting

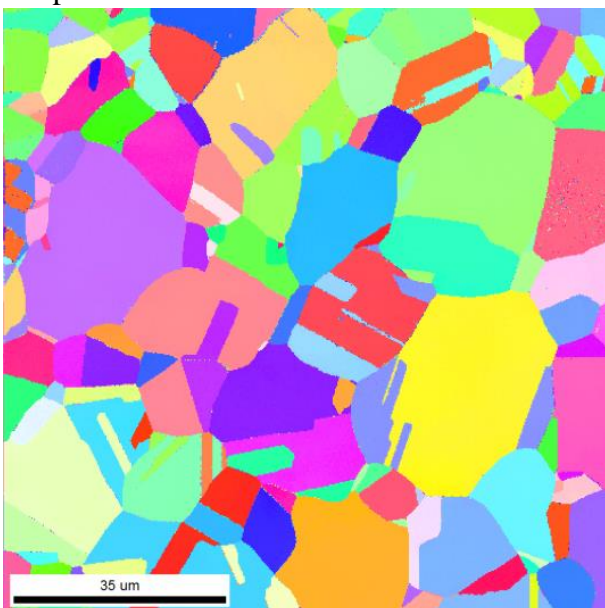
Tre prøvestaver, prøve nummer 1, 2 og 3, ble strukket til 8 %, 10 % og 12 % ved romtemperatur. Det ble utført EBSD skann ved 0 %, 2 %, 4 %, 6 % og 8 % strekk for prøve nummer 1 og ved 0 %, 2 %, 4 %, 6 %, 8 % og 10 % strekk for prøve nummer 2. Prøve nummer 3 som ble strukket til henholdsvis 8 % og 12 % ga ingen resultat grunnet dårlig kvalitet.

Videre ble to prøvestaver, prøve 4 og 5, nedkjølt ved hjelp av kaldfinger og strukket til 12 % ved -51,7 og -47 °C. Det ble utført EBSD skann for prøve nummer 4 ved 0 %, 2 %, 4 %, 6 %, 8 % og 12 % strekk, og ved 0 %, 8 % og 12 % for prøve nummer 5. Som for tabell 16, er det for avlesning av andel martensitt i tabell 17 fjernet punkter med CI verdi under 0,05. Dette gir et mer korrekt bilde av martensitttransformasjonen. Tabell 17 viser CI verdi og % martensitt for alle prøvene

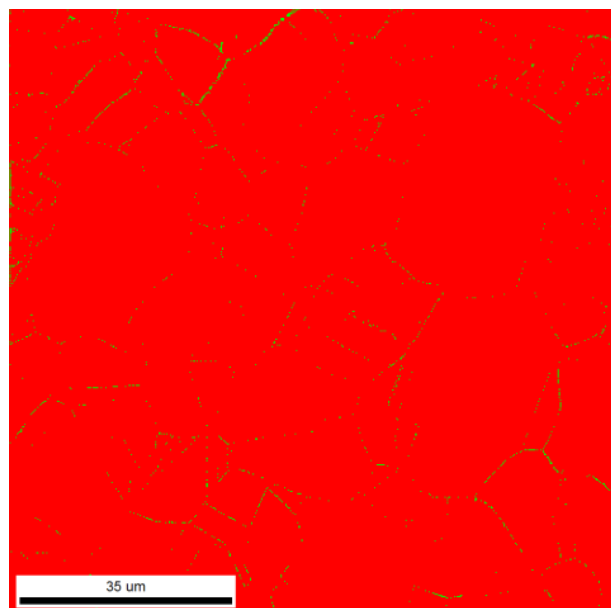
**Tabell 17:** Andel martensitt og CI verdi for samtlige prøver strekt in situ. Alle punkter med CI verdi under 0,05 er fjernet for avlesning av andel martensitt.

%Strekk	Prøve 1 (Romtemperatur)		Prøve 2 (Romtemperatur)		Prøve 4 (-51,7 °C)		Prøve 5 (-47 °C)	
	CI	% BCC	CI	% BCC	CI	% BCC	CI	% BCC
0 %	0,74	0,2	0,76	0,2	0,70	0,3	0,68	0,5
2 %	0,71	0,3	0,75	0,2	0,66	0,4	-	-
4 %	0,67	0,4	0,74	0,2	0,61	0,7	-	-
6 %	0,61	0,8	0,69	0,3	0,51	1,4	-	-
8 %	0,56	1,2	0,62	0,8	0,45	2,2	0,49	2,5
10%	-	-	0,57	0,8	-	-	-	-
12%	-	-	-	-	0,31	3,9	0,38	4,2

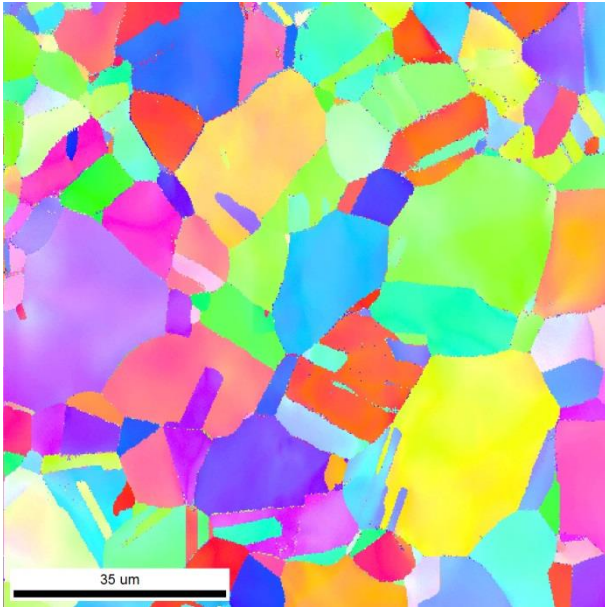
Figur 28-33 viser orienteringskartene og fasekartene til prøve nummer 2 strekt i romtemperatur ved 0 %, 8 % og 10 % strekk. Grønn representerer martensitt, og rød representerer austenitt i fasekartene.



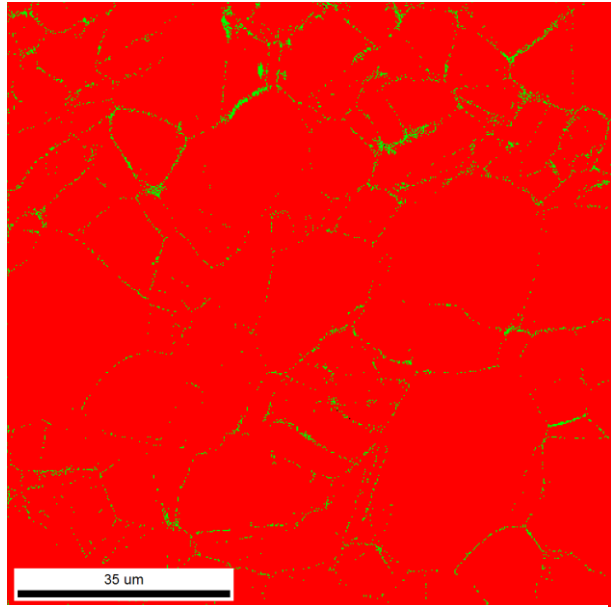
**Figur 28:** IPF kart til prøve nummer 2 ved 0 % strekk



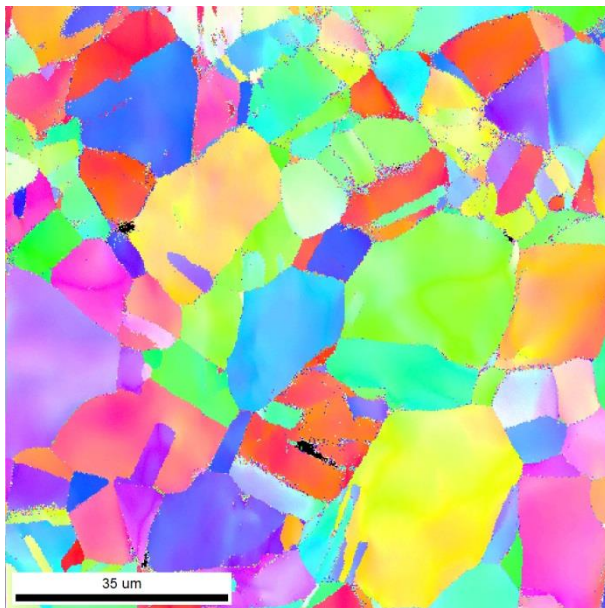
**Figur 29:** Fasekart til prøve nummer 2 ved 0 % strekk



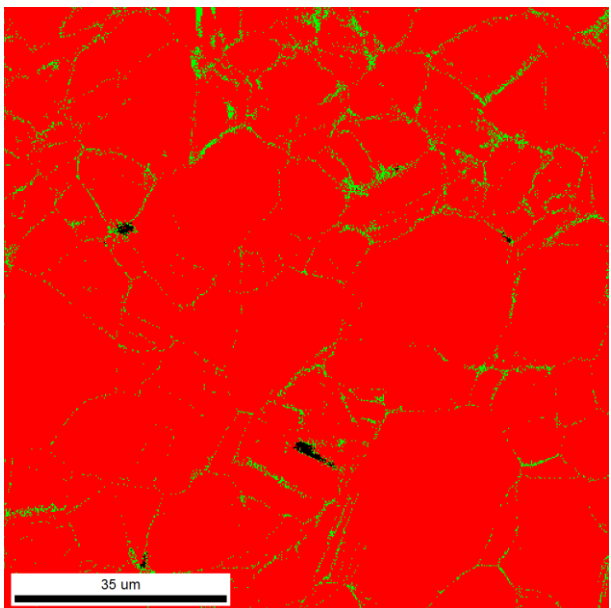
**Figur 30:** IPF kart til prøve nummer 2 ved 8 % strekk



**Figur 31:** Fasekart til prøve nummer 2 ved 8 % strekk.

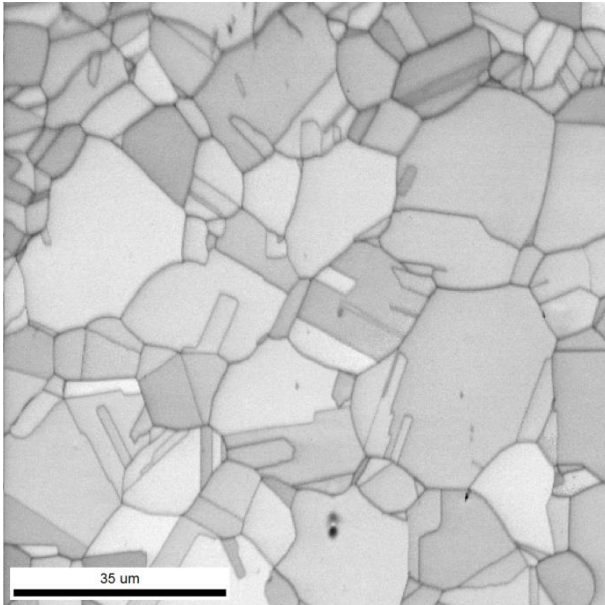


**Figur 32:** IPF kart til prøve nummer 2 ved 10 % strekk

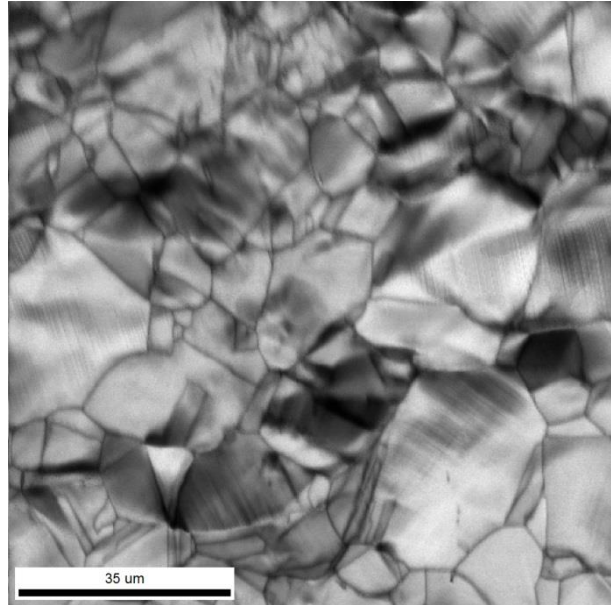


**Figur 33:** Fasekart til prøve nummer 2 ved 10 % strekk.

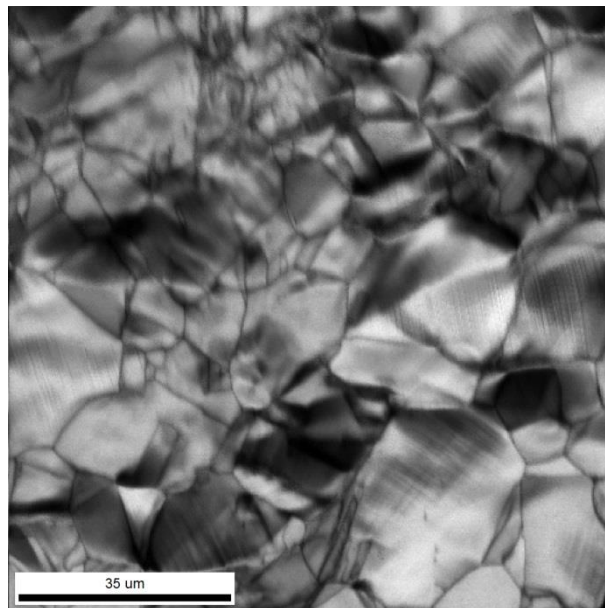
Figur 34-36 viser IQ kartene til prøve nummer 2 strekt i romtemperatur ved 0 %, 8 % og 10 % strekk.



**Figur 34:** IQ kart til prøve nummer 2 ved 0 % strekk



**Figur 35:** IQ kart til prøve nummer 2 ved 8 % strekk

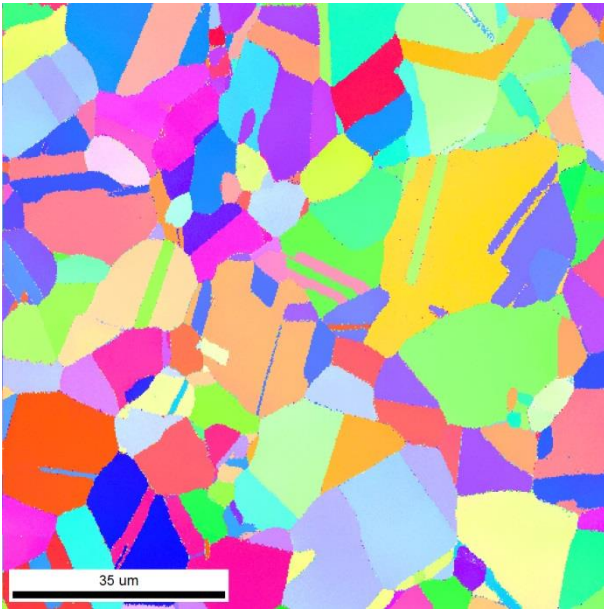


**Figur 36:** IQ kart til prøve nummer 2 ved 10 % strekk

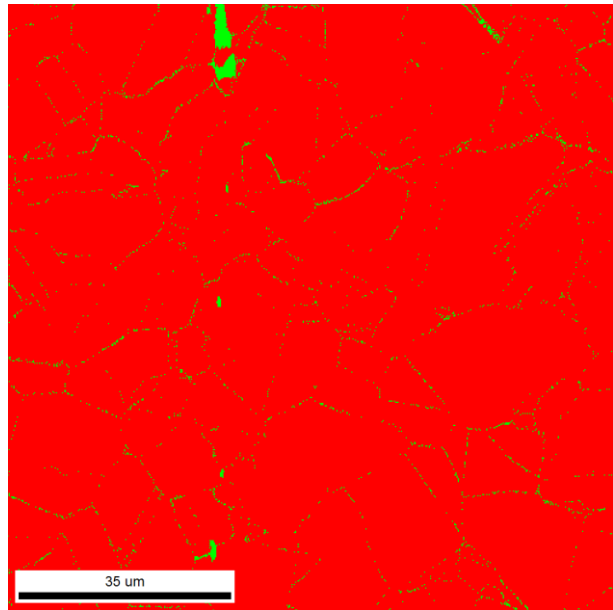
Figurene illustrerer utviklingen i mikrostrukturen og hvordan martensitt dannes som følge av strekktesting. Fasekartene og tabell 18 viser at det kun er en liten andel martensitt som dannes som følge av strekk. Den martensitten som dannes ligger på austenittkorn grenser. IQ kartene viser at det dannes mye topografi.

Figur 37-42 viser orienteringskartene og fasekartene til prøve nummer 5 strekt ved -47 °C ved 0 %, 8 % og 12 % strekk. Grønn representerer martensitt, og rød representerer austenitt i fasekartene.

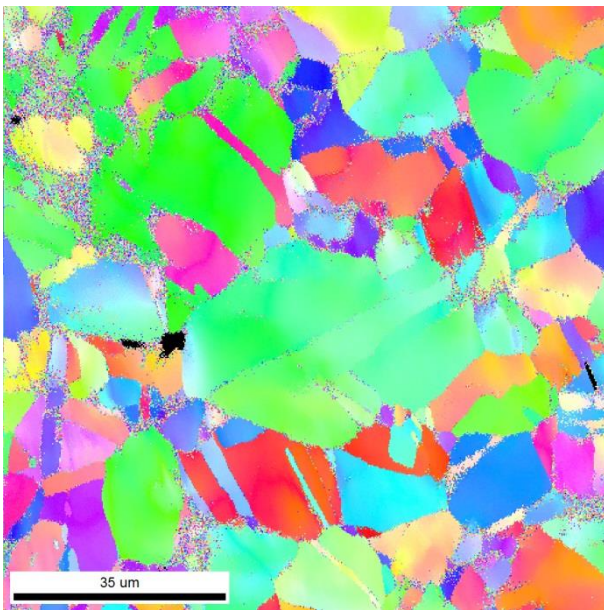




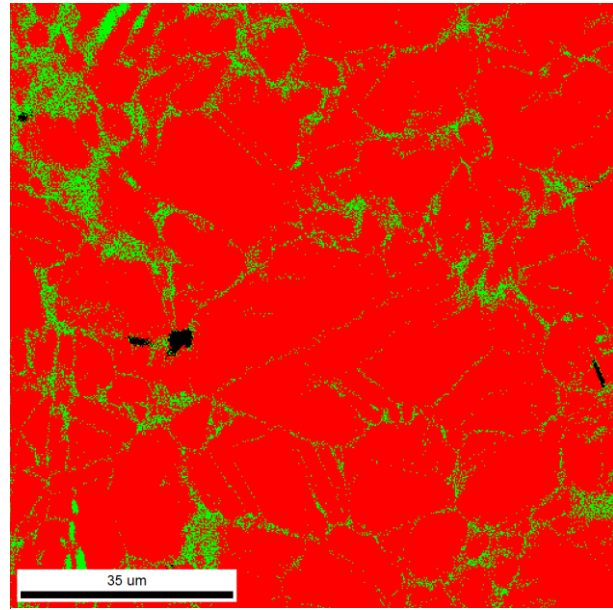
**Figur 37:** IPF kart til prøve nummer 5 ved 0 % strekk



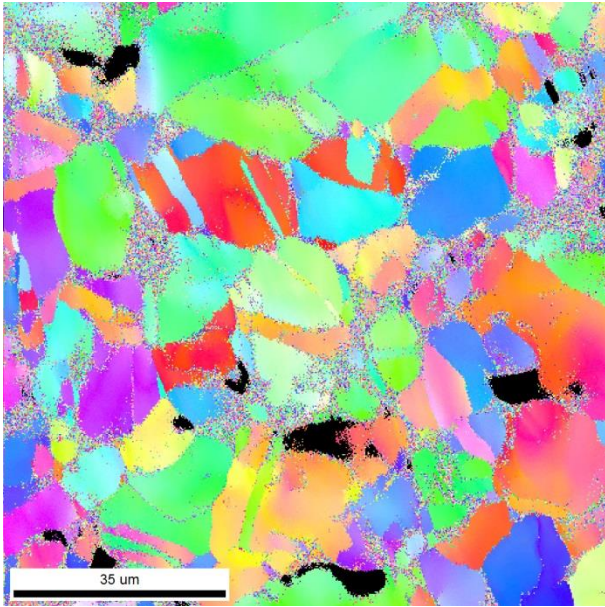
**Figur 38:** Fasekart til prøve nummer 5 ved 0 % strekk



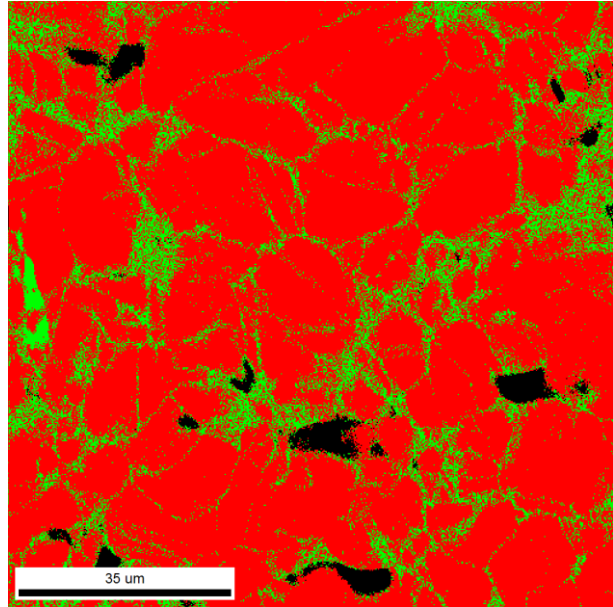
**Figur 39:** IPF kart til prøve nummer 5 ved 8 % strekk



**Figur 40:** Fasekart til prøve nummer 5 ved 8 % strekk

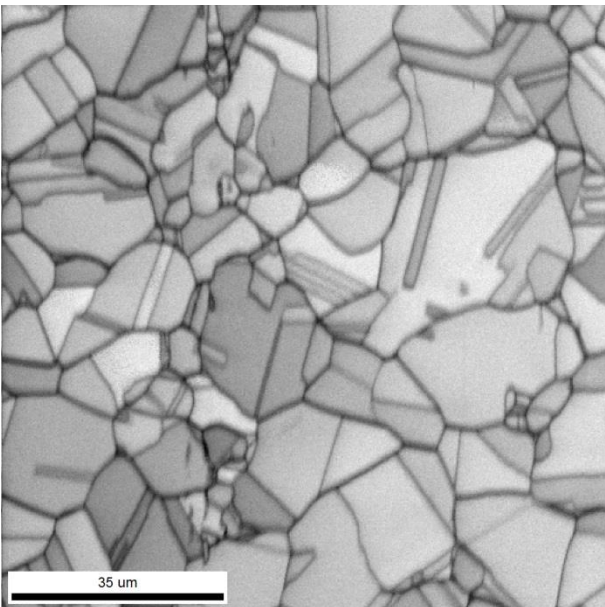


**Figur 41:** IPF kart til prøve nummer 5 ved 12 % strekk

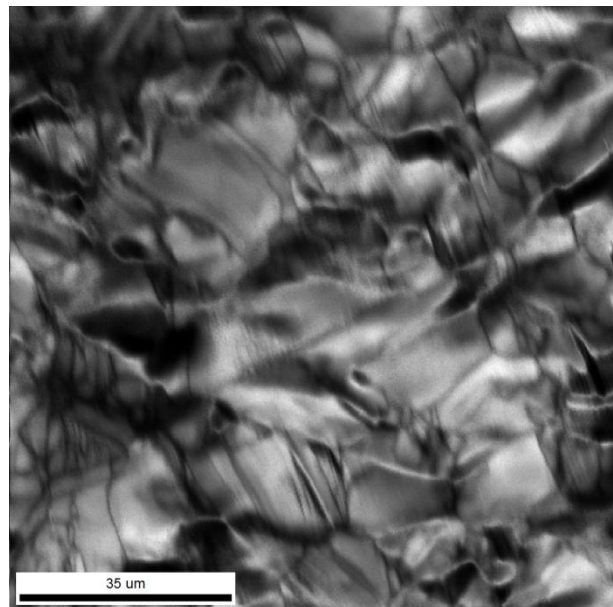


**Figur 42:** Fasekart til prøve nummer 5 ved 12 % strekk

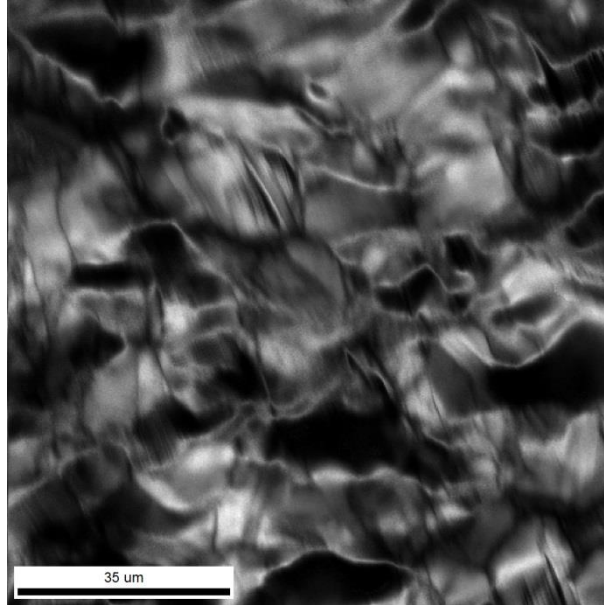
Figur 43-45 viser IQ kartene til prøve nummer 5 strekt ved  $-47\text{ }^{\circ}\text{C}$  ved 0 %, 8 % og 12 % strekk



**Figur 43:** IQ kart til prøve nummer 5 ved 0 % strekk



**Figur 44:** IQ kart til prøve nummer 5 ved 8 % strekk

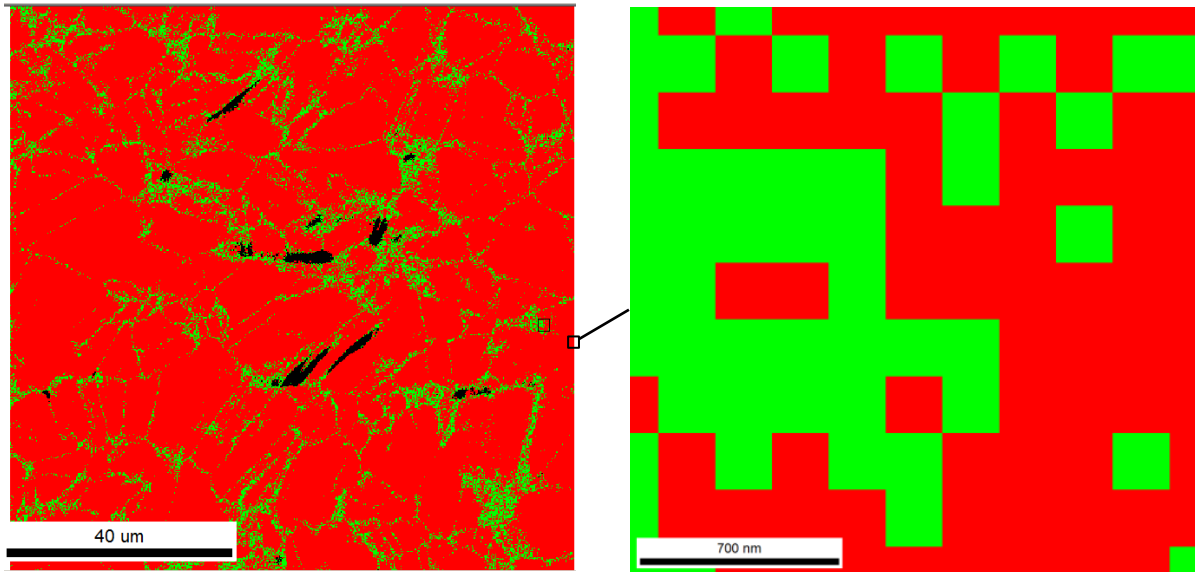


*Figur 45: IQ kart til prøve nummer 5 ved 12 % strekk*

Figurene illustrerer utviklingen i mikrostrukturen og hvordan martensitt dannes som følge av strekktesting ved  $-47\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Fasekartene og tabell 18 viser at det dannes en høyere andel martensitt enn for prøve nummer 2 som er strukket til 10 % ved romtemperatur. Martensitten ligger langs austenittkornrensener.

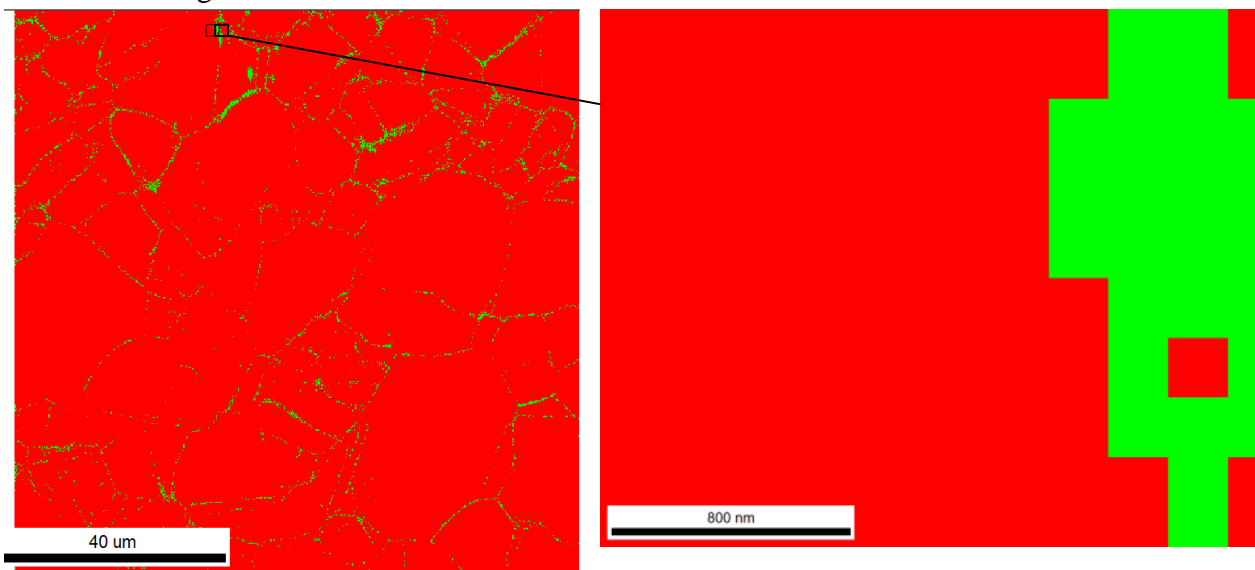
### 4.3.1 Orienteringssammenheng

Områder med martensittdannelse ble undersøkt med tanke på Kurdjomov-Sachs orienteringssammenheng. En del av områdene som er indisert som martensitt er feilindisert, noe som gjenspeiles i dårlige CI og fit verdier. Det finnes imidlertid noen områder indisert som martensitt med gode verdier. Ved å se på IPF-kartene til martensittfasen, ser man også at martensittpunktene i disse områdene har samme farge. Dette tyder på at de har samme orientering, noe som indikerer at martensitten er riktig indisert. I undersøkelsene er punkter med CI verdi mindre enn 0,05 fjernet. Område 1 er tatt fra prøve nummer 4 ved 8 % strekk ved -51,7. Området er markert i fasekartet i figur 46.



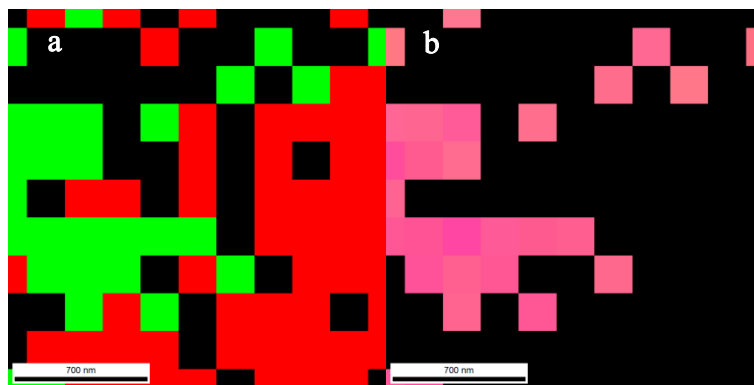
*Figur 46: Utvalgt område nummer en for undersøkelse av orienteringssammenheng markert med svart*

Område 2 er tatt fra prøve nummer 2 ved 8 % strekk i romtemperatur. Området er markert i fasekartet i figur 47.

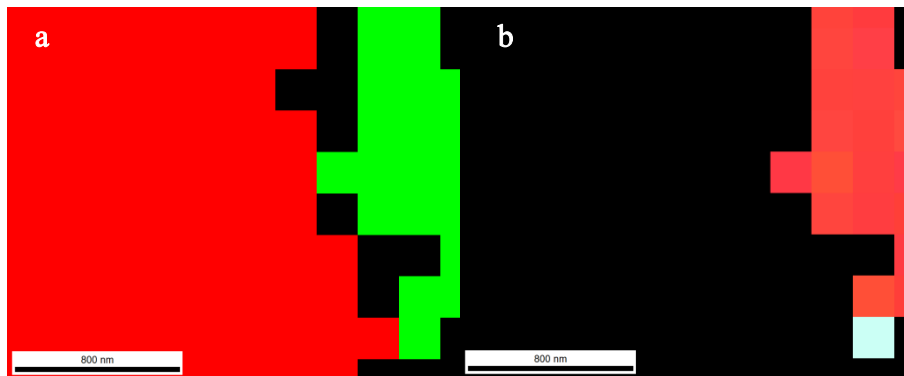


*Figur 47: Utvalgt område nummer to for undersøkelse av orienteringssammenheng markert med svart*

Figur 48 og 49 viser orienteringskartet til martensittfasen og fasekartet for de to utvalgte områdene. I fasekartene er grønn martensitt, og rød austenitt. I orienteringskartene representerer alle farger unntatt svart martensitt. Punkter med CI verdi under 0,05 er fjernet.



**Figur48:** Fasekart(a) og orienteringskart(b) til martensittfasen for område 1 tatt fra prøve nummer 4 ved 8 % strekk

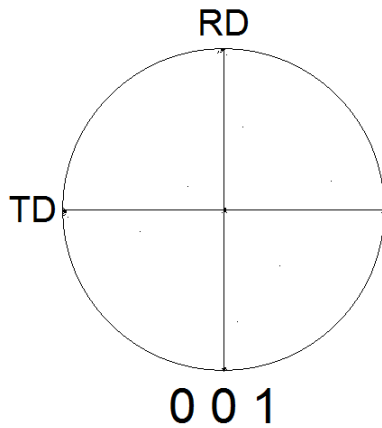


**Figur 49:** Fasekart(a) og orienteringskart(b) til martensittfasen for område 2 tatt fra prøve nummer 2 ved 8 % strekk

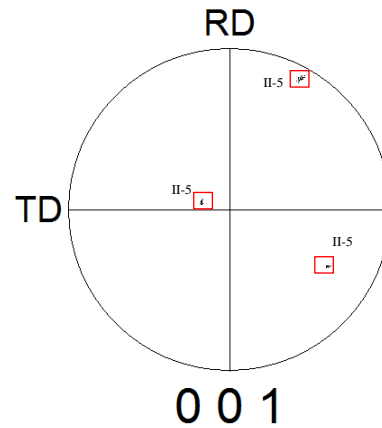
I orienteringskartene har en del av martensittpunktene samme farge, noe som indikerer at de har samme orientering.

Når polfiguren til austenittfasen er rotert til en kubeorientering, vil polfiguren for martensittfasen sammenfalle med K-S orienteringene. Polfiguren til austenitt(BCC) og martensitt(FCC) for område en og to er vist i figur 50 og 51. De eksperimentelle resultatene er sammenlignet med den teoretiske 110 polfiguren presentert i teori. De ulike K-S variantene er markert med røde firkanter i de eksperimentelle polfigurene.

Iron - Gamma



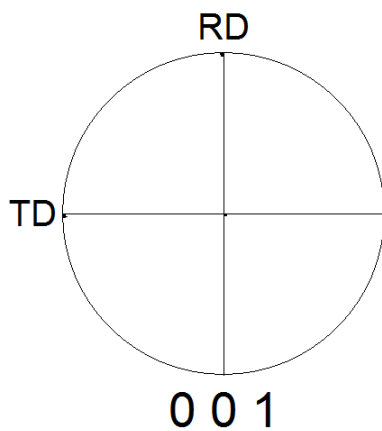
Iron - Alpha



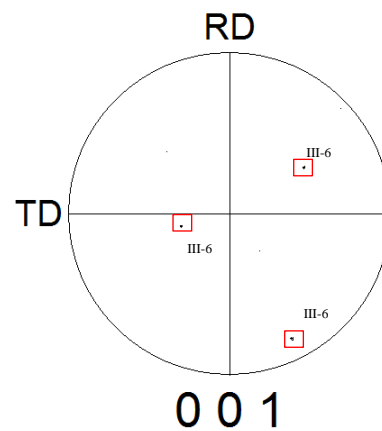
**Figur 50:** Polfigurer BCC og FCC for område en tatt fra prøve nummer 4 ved 8 % strekk

Ved å sammenligne polfiguren for martensitt i figur 50 med martensittvariantene i den teoretiske polfiguren i figur 8, ser man at martensittdannelsen for område en i prøve 4 er av varianten II-5.

Iron - Gamma



Iron - Alpha

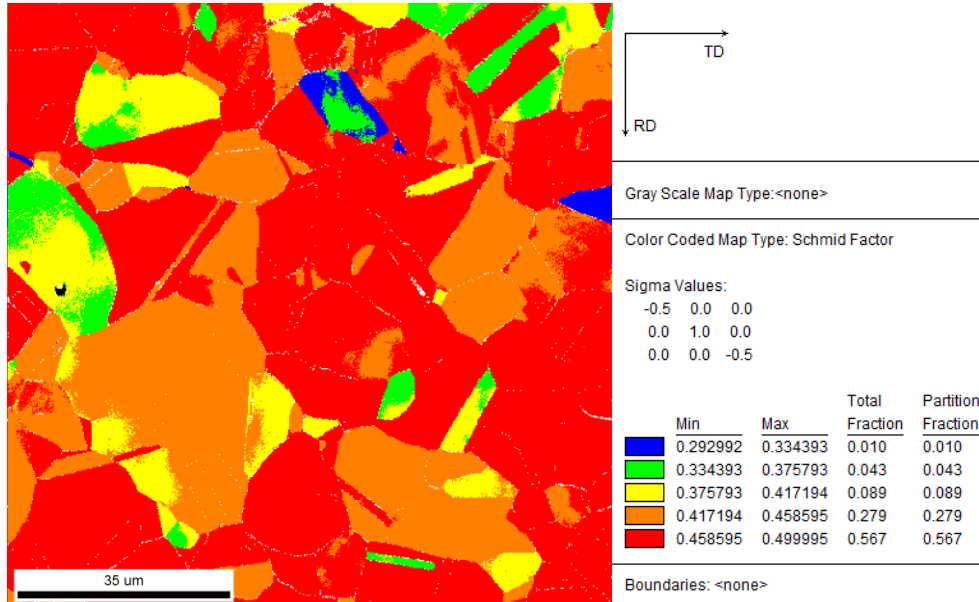


**Figur 51:** Polfigur BCC og FCC for område to tatt fra prøve 2 ved 8 % strekk.

Ved å sammenligne polfiguren for martensitt i figur 51 med martensittvariantene i den teoretiske polfiguren i figur 8, ser man at martensittdannelsen for område to i prøve 2 er av varianten III-6.

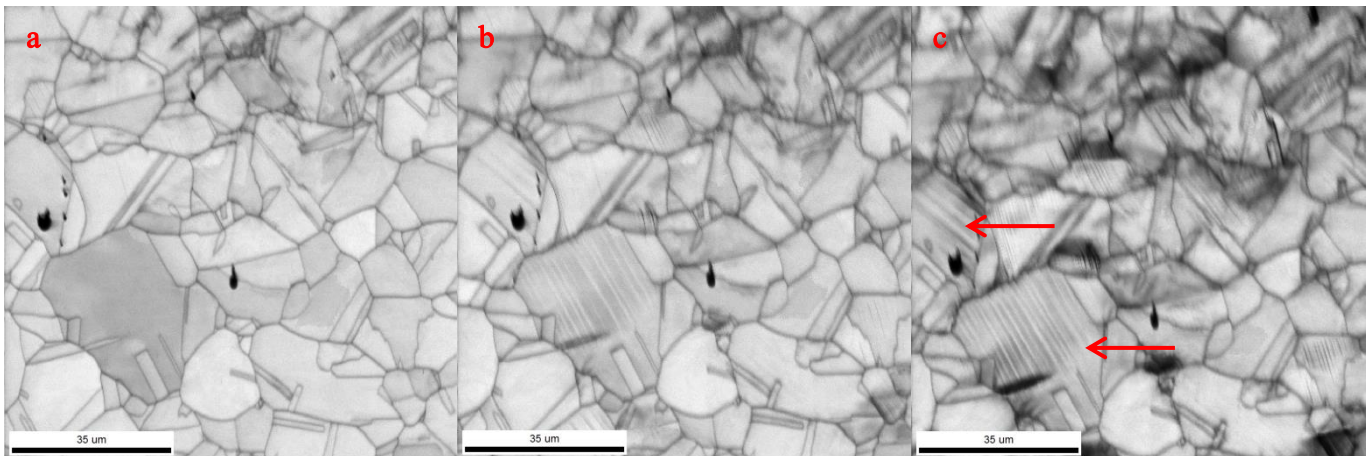
### 4.3.2 Sliplinjer

Figur 52 viser Schmid kartet for prøve nummer 1 ved 0 % strekk.



**Figur 52:** Schmid kart med forklaring for prøve nummer 1 ved 0 % strekk.

Teksten til høyre for figur 52 forklarer hvilken farge som representerer de enkelte Schmid verdiene I Schmid kartet har oransje og røde områder høy Schmid faktor. Dette er områder hvor det er stor sannsynlighet for slipp. Figur 53 viser IQ kartet til den samme prøven ved 0 %, 2 % og 4 % strekk.



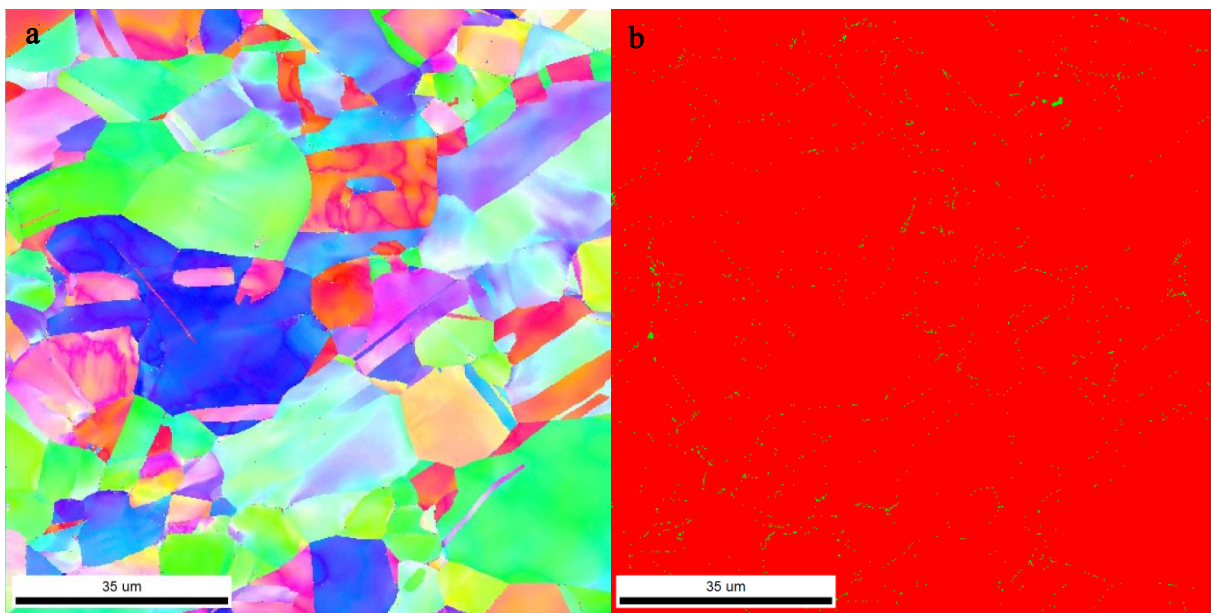
**Figur 53:** IQ kartet til prøve 1 ved (a) 0 %, (b) 2 % og (c) 4 % strekk. Korn med tydelige sliplinjer er markert med røde piler

IQ kartene i figur 53 illustrerer hvor slipp har oppstått i prøvematerialet. De røde pilene angir korn hvor det tydelig har oppstått slipp. Dette kommer frem som synlige striper i enkelte korn. I Schmid faktor kartet i figur 52 er slipp systemet til FCC med plan  $\{111\}$  og retning  $\langle 1-10 \rangle$  lagt inn. Fremgangsmåte for dette er presentert i vedlegg V. Ved å sammenligne Schmid

faktor kartet og IQ kartene ser man at slip har oppstått i korn som har en relativ høy Schmid faktor.

## 4.4 Undersøkelser av deformerte prøver etter strekk

Figur 54 viser IPF kartet og fasekartet til prøve nummer 3 som ble strekt til 12 % ved romtemperatur. Prøven er pusset og elektrolyert etter strekkforsøket. Grønn representerer martensitt, og rød austenitt i fasekartet.

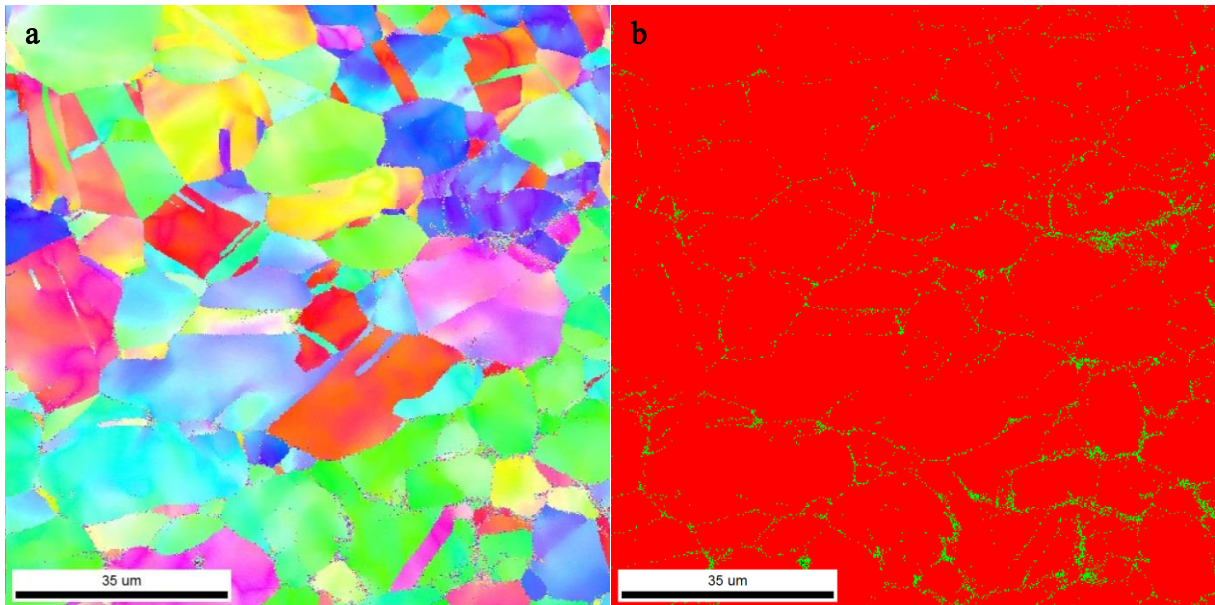


**Figur 54:** IPF kart(a) og fasekart(b) til prøve nummer 3 etter pussing og elektrolysering.

Gjennomsnittlig IQ, FIT og CI verdier er henholdsvis 225.19,68 og 0,77. Andel martensitt etter fjerning av punkter med CI verdi under 0,05 er 0,1 %. Prøve nummer 3 ga ingen resultater under strekkforsøket grunnet dårlig kvalitet.

Figur 55 viser IPF kartet og fasekartet til prøve nummer 5 som ble strekt til 12 % ved  $-47^{\circ}\text{C}$ . Prøven er pusset og elektrolyert etter strekkforsøket. Grønn representerer martensitt, og rød representerer austenitt i fasekartet.





**Figur 55:** IPF kart (a) og fasekart (b) til prøve nummer 5 etter pussing og elektroplering.

Gjennomsnittlig IQ, FIT og CI verdier er henholdsvis 198.56,88 og 0,67. Andel martensitt etter fjerning av punkter med CI verdi under 0,05, er 0,6 %. Ved strekkforsøket viste prøve nummer 5 en martensittandel på 4,2 %.



# 5 Diskusjon

## 5.1 Kalibreringsmetode

Under arbeidet ble det utarbeidet en ny kalibreringsmetode for å forenkle indisering ved in situ forsøk. Fremgangsmåte for denne er presentert i vedlegg IV. For metode 1 bruker man de første kalibreringspunktene man tar opp for å indisere alle skannene. Da slipper man å finne nye kalibreringspunkt for hvert enkelt skann, noe som vil være tidsbesparende ved repeterende skann av et område. For metode 2, som brukes per i dag, må man ta opp nye kalibreringspunkt for hvert enkelt skann. Metode 1 egner seg for in situ forsøk hvor man vil detektere forandringer i et bestemt område av prøvematerialet.

Resultatene i tabell 14 og 15 sammenligner kvaliteten på den nye metoden for kalibrering, metode 1, og den konvensjonelle metoden, metode 2, som er brukt per i dag. Tabellene viser at metode 1 gir noe dårligere resultat. Dette gir utslag i dårligere CI, IQ og fit verdier. Forskjellene er imidlertid såpass små at orienteringskart og fasekart for de to kalibreringsmetodene ser like ut. Uten deformasjon er forskjellen i kvalitet minimal mellom de to metodene. Ved økende deformasjon øker denne forskjellen litt, men man ser fortsatt ikke noen drastisk forskjell på orienteringskart eller fasekart.

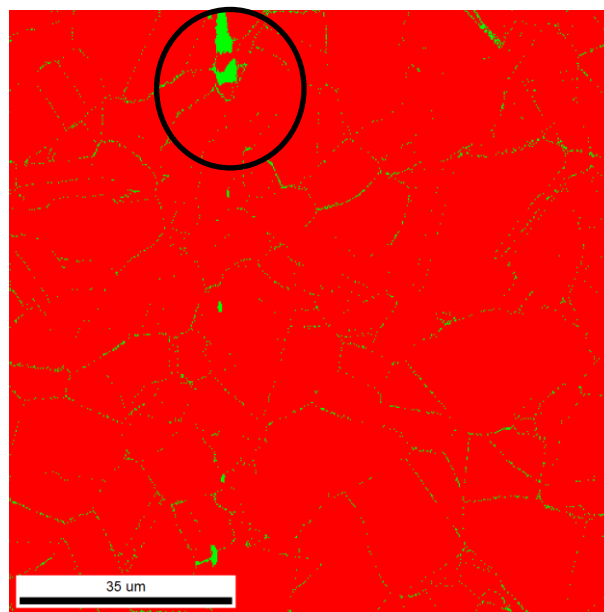
Ved høy deformasjon, som for prøve 4 i tabell 15, hvor man ikke finner gode kalibreringspunkt, vil man være avhengig av metode 1 for å få gode kart over mikrostrukturen. Prøve 4 ble strukket ved lav temperatur, og mot slutten av forsøket ved 8 % og 12 % strekk var det vanskelig å finne gode kalibreringspunkt på grunn av topografi og kontaminasjon. Den konvensjonelle metoden for kalibrering, metode nummer 2, ga såpass dårlige resultat at bildene ikke kunne brukes. Kalibreringspunktene var alt for dårlig til å kunne indisere skannet. Her var metode nummer 1 avgjørende for å få frem et resultat. Ved å bruke kalibreringspunktene fra det første skannet var det mulig å få frem et representativt resultat. Dette er presentert i tabell 15 i resultater.

Metode 1 er en fullt anvendbar kalibreringsmetode dersom man kjører in situ forsøk i SEM. Metoden sparer mye tid ved indiseringen i TSL OIM Data Collection, i tillegg til tid i mikroskopet da man slipper å bruke lang tid på å lete etter gode kalibreringspunkt ved hvert skann. En av begrensningene med in situ forsøk i SEM i dag, er at man får dårlig kvalitet på skannene som følge av kontaminasjon og stor deformasjon [13]. Ved å benytte seg av denne kalibreringsmetoden, kan man i disse tilfellene få et bedre resultat enn ved å bruke kalibreringsmetode 2 hvor man tar opp nye kalibreringspunkt for hvert skann. Hvis det i fremtiden utvikles en metode for kontinuerlig opptak av EBSD under in situ forsøk, kan metode 1 være verdifull for kalibrering av skannene.

## 5.2 Nedkjøling av prøver

Resultatene fra tabell 16, samt kartene i figur 26 og 27, fra prøver kjølt i flytende nitrogen viser at det ikke dannes martensitt som følge av kjøling. I litteraturen er det rapportert om forskjellige resultater i forbindelse med martensittdannelse i austenittiske rustfrie stål som følge av kjøling. AISI 304 er et austenittisk rustfritt stål som er relativt lavlegert, og vil derfor være en av de mest ustabile austenittiske rustfrie stålene. Reed og Mikesell observerte martensittdannelse i AISI 304 stål som følge av repeterende nedkjøling til  $-196$  og  $-253$  °C [5], mens Guntner og Reed observerte både martensittdannelse og stabil austenitt i AISI 304 ved kjøling til  $-269$  °C i 1962 [6]. Larbalestier og King observerte ingen martensittdannelse i AISI 304 ved verken kjøling eller repeterende kjøling i sitt arbeid [3]. Basert på hva som er observert tidligere i litteraturen, er resultatet som forventet. Prøvene ble kjølt i flytende nitrogen i omtrent to minutter, noe som ikke er tilstrekkelig for å få martensittdannelse i AISI 304 stål. Dette bekrefter at AISI 304 er relativt stabilt ved lave temperaturer. Forsøket sier imidlertid ingenting om hvordan stålet reagerer på repeterende nedkjølinger eller langtidseksposering i lave temperaturer. Ut i fra hva som er dokumentert tidligere, er det grunn til å tro at stålet kan få martensittdannelse ved varierende avkjølingsbetingelser.

I prøve nummer 5 er det observert en martensittøy på skannet ved 0 % strekk. Figur 38 for prøve 5 ved 0 % strekk er hentet fra resultater, og martensittøyen er markert i figuren.



**Figur 38:** Prøve nummer 5 ved 0 % strekk med martensittøy markert.

Denne martensittfraksjonen skyldes ikke deformasjon da den er til stede allerede ved 0 % strekk. Et alternativ er at den har oppstått som følge av nedkjøling av prøven. Prøven ble kjølt til  $-47$  °C før strekket ble utført. I litteraturen er det som sagt observert tilfeller der nedkjøling har ført til martensittdannelse i AISI 304 stål [5, 6]. Dette skjedde imidlertid ved repeterende nedkjøling over en lengre periode. Et annet alternativ er at prøven har fått en martensittfraksjon under fremstillingsprosessen av stålet.

## 5.3 In situ strekktesting ved romtemperatur

Under in situ forsøkene ble strekkutstyret montert med hjelp av fremgangsmåte for montering utarbeidet av Jonas Hovde Pedersen [12]. Fremgangsmåten ga en god beskrivelse av montering, og var til stor hjelp under prosessen. Montering av utstyret er krevende, og krever at man er nitid, nøyaktig og presis. Programmet for strekking viste at strekkprosenten var unøyaktig. Den faktiske strekkprosenten var som regel høyere enn den som ble tastet inn i forkant av strekket. Denne feilkilden er også diskutert i tidligere studenters arbeid ved NTNU [12]. Forskjellen vil i så fall være lik for strekkforsøk utført ved romtemperatur og lav temperatur. Det ble observert lite problemer med kontaminasjon under forsøkene. Dette skyldes godt vakuum under forsøkene. Det ble valgt å montere utstyr og prøver dagen før prøven skulle strekkes for å være sikker på at vakuemet var godt nok under forsøket. Dette viste seg å gi gode resultat uten problem med kontaminasjon, og vakuemet lå på  $2.1 \times 10^{-6}$ ,  $2.5 \times 10^{-6}$  og  $8.5 \times 10^{-7}$  Torr.

Ved indisering av skannene ble det valgt å bruke  $1^\circ \theta$  stepsize i hough innstillingene. Dette ble gjort basert på erfaringer fra tidligere studenters arbeid, og for å være sikker på å detektere små martensittfraksjoner [12]. Dette ga gode resultater gjennom arbeidet. Det ble valgt å bruke en stepsize på 0,2 under opptak av selve mønsteret. Dette er et kompromiss mellom tiden det tar å skanne området, og størrelse i forhold til å detektere små fraksjoner av martensitten.

To prøver ble strukket til henholdsvis 8 % og 10 % ved romtemperatur. Prøve nummer 3 ga ingen resultat grunnet dårlig kvalitet. Prøven ble strekt til 8 % og 12 %, og årsaken til at skannene ble såpass dårlig er uvisst. Underveis i forsøket ble det veldig mye topografi i prøven, og mønsteret var uklart da kalibreringspunkt skulle velges. Kvaliteten på skannet ved bruk av kalibreringspunktene fra skann nummer 1, også kalt indiseringsmetode nummer 1, ga også dårlig kvalitet, noe som tyder på at hele mønsteret i prøven var av dårlig kvalitet. Det kan være flere årsaker til dette, som feil i prøveprepareringen, kontaminasjon og stor deformasjon i overflaten.

Tabell 17, samt kartene i figur 28-36, viser at kvaliteten på skannene blir dårligere med økende deformasjon. Dette gir utslag i lavere CI og IQ verdi, og høyere fit verdi. Verdiene og kvaliteten er imidlertid relativt bra med tanke på grad av deformasjon. For å få gode resultat i EBSD er man avhengig av gode målepunkter. Korngrenser, faseformasjoner, kontaminasjon, deformasjon og dårlig prøvepreparering kan være årsaker til at kvaliteten på målepunktene er dårlig. Rundt korngrenser vil enkelte punkter være en blanding av de to orienteringene til de forskjellige kornene, noe som ofte gir feilindisering og dårlig kvalitet [48]. Ved økende deformasjon vil man få topografi i overflaten, og dette vil bidra til dårligere kvalitet. I tillegg vil det oppstå «skyggeområder» som ikke inneholder informasjon etter hvert som topografi oppstår i prøveoverflaten. Spesielt dårlig kvalitet rundt korngrenser vil være uheldig ved observasjon av martensittdannelse, da martensitten i henhold til teorien først vil dannes her [18]. Målepunkter med dårlig kvalitet kan ofte feilindiseres, og det er vanskelig å si om punktet innehar den fasen som er indisert, eller om det egentlig er en annen fase. Målepunkter med dårlig kvalitet gir utslag i enkeltpunkter med forskjellig orientering fra punktene som ligger rundt, i tillegg til dårlig data i form av dårlige IQ, CI og fit verdier. Hvis punktene har forskjellig orientering fra de omkringende punktene, vil de ha en annen farge i IPF kartet. Derfor kan IPF kartet for martensittfasen gi verdifull informasjon om kvaliteten på martensittandelen som er indisert. For å kompensere for feilindiserte punkter, er punkter med

CI verdi under 0,05 fjernet for avlesning av andel martensitt. Da fjerner man de punktene som har dårlig kvalitet, og disse blir ikke med i beregning for andel martensitt. IPF kart for martensittfasen etter at punkter med dårlig CI verdi er fjernet, viser at mange martensittpunkter som ligger ved siden av hverandre har samme farge. Det vil si at punktene har samme orientering, noe som forsterker antagelsen om at dette faktisk er områder med martensitt. Man sitter dermed igjen med en martensittandel som er representativ for det området av prøven.

Prøvene strekt i romtemperatur viser en liten økning i andel martensitt som følge av deformasjon. Martensittandelen øker med økende strekkprosent, noe som er forventet. Andel martensitt øker fra omtrent 0 % til 1 % ved 8 % strekk. Observasjonene stemmer overens med teorien. Høyere strekkprosent tilfører stålet mer energi som kompenserer for manglende underkjøling, og genererer martensittdannelse [23].

## 5.4 In situ strekktesting ved lave temperaturer

Termos for flytende nitrogen og kaldfinger ble tilkoblet SEM med hjelp av fremgangsmåte utviklet av Jonas Hovde Pedersen [12]. Utstyret er krevende å montere og bruke. Temperaturen ble målt på prøveoverflaten med et termoelement type K som ble festet mellom skruen fra kaldfingeren og prøveoverflaten. Dette kan gi en del usikkerhet i forbindelse med temperaturmålingene, da det vil være små marginer som avgjør hvor man målingene. Hvis selve skruen er kaldere enn prøven, kan det se ut som at prøven er kaldere enn den faktisk er. Denne feilkilden er også diskutert i tidligere studenters arbeid [12]. Temperaturen vil ikke være den samme over hele prøveoverflaten, og man måler temperaturen kun akkurat i det området hvor skruen er festet. I tillegg er det vanskelig å komme til og feste termoelementet skikkelig, og det kan fort falle av underveis. Temperaturmålingene vil derfor kun gi en pekepinn på hvilken temperatur prøven innehar. Temperaturen på prøvene stabiliserte seg rundt  $-50\text{ °C}$  omtrent 90 minutter etter påfylling av flytende nitrogen på termos. Termosen ble etterfylt under hele forsøket for å få en lavest mulig temperatur, og for å holde den stabil gjennom forsøket. Også her ble utstyret montert dagen før strekkingen for å få best mulige vakuum. Ved skannene var vakuemet på  $1,8 \times 10^{-6}$  og  $8,0 \times 10^{-7}$  Torr.

To prøver ble strukket til 12 % ved  $-51,7\text{ °C}$  og  $-47\text{ °C}$ . Tabell 17, samt kartene i figur 29-45, viser at kvaliteten på skannene blir dårligere med økende deformasjon. Prøver strukket ved lav temperatur har jevnt over dårligere CI, IQ og fit verdier enn prøver strukket ved romtemperatur. En årsak til dette kan være at det oppstår mer kontaminasjon på prøver strukket ved lave temperaturer. Ved repeterende skann ved lave temperaturer, vil det være større fare for at kontaminasjon oppstår på prøveoverflaten [15, 46]. Tabell 17 viser at martensittdannelsen er større for prøver strukket ved lav temperatur enn for prøver strekt ved romtemperatur. Dette stemmer overens med teorien og tidligere observasjoner. Det kommer av at stablefeilenergien til austenitten blir lavere når man senker temperaturen. Den drivende kraften for martensittdannelsen vil dermed bli større, og det er større sannsynlighet for å få martensitt [7, 8, 9]. Ved 8 % strekk dannes det omtrent 2,5 % martensitt i prøvene som er strukket ved lave temperaturer, og dette er over dobbelt så mye som det er observert i prøvene strukket til samme strekkprosent ved romtemperatur. Dette er imidlertid en relativt liten mengde, og det bekrefter at AISI 304 er et stål med en stabil austenittisk struktur. Stålet har god motstand mot martensittdannelse ved lave temperaturer og ytre påvirkninger i form av deformasjon. Den austenittiske strukturen er duktil, mens martensittdannelse introduserer sprø

områder i strukturen [18]. Det vil si at stålet oppfører seg duktilt til tross for lave temperaturer og relativ høy deformasjon.

## 5.5 Undersøkelser av deformerte prøver etter strekk

På grunn av feilkilder knyttet til målinger av martensittandel under in situ forsøkene, ble prøve nummer 3 som ble strukket til 12 % ved romtemperatur, og prøve nummer 5 som ble strukket til 12 % ved lav temperatur, slipt, elektropolert og undersøkt på nytt. Dette ble gjort for å få en indikasjon på om resultatene under in situ forsøkene er pålitelige. Som tidligere nevnt, vil prøvene ved høy strekkprosent og gjentakende skann, få en dårligere kvalitet som følge av kontaminasjon og topografi. Ved å slipe ned prøvene og ta nye bilder, får man bedre kvalitet og mer pålitelige resultater. Martensittandelen vil være mer korrekt, og prøvene kan sammenlignes med resultatene under selve in situ forsøket. Det var ikke mulig å finne tilbake til eksakt samme område hvor skannene under in situ forsøket ble utført, men resultatene gir en indikasjon på hvor mye martensitt som finnes jevnt over i prøvematerialet etter strekk.

Prøvene måtte elektropoleres manuelt da elektropoleringsmaskinen var ute av drift. Samme elektrolytt, spenning, tid og temperatur som den automatiske elektropoleringen ble brukt. Ved den manuelle elektropoleringen har man mindre kontroll på parametere som strømningshastighet og areal. Ved å bruke lakk kan man til en viss grad styre arealet som skal elektropoleres, men lakken vil ikke være helt tett og pålitelig. Det var en fordel å vite hvordan overflaten skal se ut etter elektropoleringen på grunn av lite kontroll på arealet som elektropoleres. Prøven ble elektropolert i omtrent halve tiden før den ble tatt ut, rensset og studert. Deretter ble den puttet ned i elektrolytten i noen sekunder til, tatt opp, rensset og studert på nytt. Dette pågikk frem til resultatet var tilfredsstillende. Prøvene ga gode resultat i SEM, og den manuelle elektropoleringen ga mønster med like god kvalitet som den automatiske elektropoleringen. Astri Sømme benyttet seg av manuell elektropolering på et martensittisk stål med restaustenitt under arbeidet med sin masteroppgave med gode resultater [58].

Prøve nummer 3, som ble strekt til 12 % ved romtemperatur, ga ingen resultat under selve in situ forsøket på grunn av dårlig kvalitet. Kartene i figur 54 viser at det ble funnet en martensittandel på 0,1 % i prøven etter sliping og elektropolering. Punkter med CI verdi under 0,05 er fjernet. Ved å se på IPF kartet til martensittfasen, ser man at martensittpunkter som ligger ved siden av hverandre har samme farge. Det vil si at de har samme orientering, og mest sannsynlig er martensitt.

Prøve nummer 5, som ble strekt til 12 % ved lav temperatur, ga en martensittandel på 4,2 % under selve in situ forsøket. Kartene i figur 55 viser at etter sliping og elektropolering ble det funnet en martensittandel på 0,6 %. Her også har martensittpunktene som ligger ved siden av hverandre samme farge i IPF kartet, noe som tyder på at de er riktig indisert. Dette bekrefter at det austenittiske stålet AISI 304 har en ganske stabil austenittisk struktur der det dannes kun en mindre andel martensitt ved ytre påvirkninger i form av lav temperatur og deformasjon.

Undersøkelsene av prøvene etter de er slipt og elektropolert gir en betydelig mindre andel martensitt enn hva som er observert under in situ forsøkene ved tilsvarende strekkprosent. Dette kan skyldes at den dårlige kvaliteten og topografien under in situ forsøkene ved høy strekkprosent gir mange feilindiserte punkter som tidligere omtalt. Martensittandelen kan i

tillegg variere ut i fra hvor skannet er tatt. Det er umulig å finne frem til det eksakt samme området som er skannet under in situ forsøket. I tillegg vil det være store forskjeller i forhold til martensittandel som dannes innad i materialet kontra på overflaten. Omgivelsene innad i materialet kan i stor grad påvirke martensittdannelsen, og for eksempel små forskjeller i den kjemiske sammensetningen kan fremme eller hindre martensittdannelse da legeringselement i stor grad påvirker  $M_s$  og  $M_f$ . Ettersom martensitt dannes på korn grensene, vil det være større sjansje for å få mer martensitt i områder med mange korn grenser kontra områder med få korn grenser [18].

Økende martensittandel ved lav temperatur samsvarer godt med observasjonene gjort under in situ forsøkene. Det er observert en betraktelig større andel martensitt ved strekking på lav temperatur for begge tilfellene. For selve in situ forsøkene er martensittandelen omtrent 1,5 % høyere for prøver strukket ved lave temperaturer enn for prøver strukket ved romtemperatur ved samme strekkprosent. For videre undersøkelser gjort i etterkant av deformasjonen, er martensittandelen 0,5 % høyere for prøver strukket ved lav temperatur enn for prøver strukket ved romtemperatur ved samme strekkprosent. Dette stemmer godt overens med tidligere rapporterte observasjoner i litteraturen [9].

## 5.6 Martensitt

Som tidligere nevnt vil feilindisering være en viktig feilkilde i forbindelse med martensittdannelse i stålet. Fasekartene i figur 29,31,33,38,40 og 42 viser at martensitten som er observert i prøvematerialet strukket ved både romtemperatur og lavtemperatur, ligger langs austenittkorn grenser. Dette stemmer overens med andre observasjoner gjort av martensittdannelsen [7, 33].

Som vist i polfigurene i figur 50 og 51, er det påvist en K-S orienteringssammenheng mellom austenitten og martensitten som blir dannet ved hjelp av EBSD. En austenittorientering kan teoretisk gi 24 forskjellige varianter av martensitt [32]. Ved å rotere EBSD dataene over i en kubeorientering så kommer det frem, som vist i figur 50 og 51, at den indiserte martensitten, etter fjerning av punkter med CI verdi under 0,05, har en K-S orienteringssammenheng med austenitten den dannes fra. Dette bekrefter at områdene faktisk er martensitt, da det ikke ville vært en orienteringssammenheng mellom disse punktene og austenitten hvis det ikke har vært martensitt. Det vil si at den andelen martensitt som er registrert etter fjerning av punkter med CI verdi under 0,05, er et pålitelig resultat.

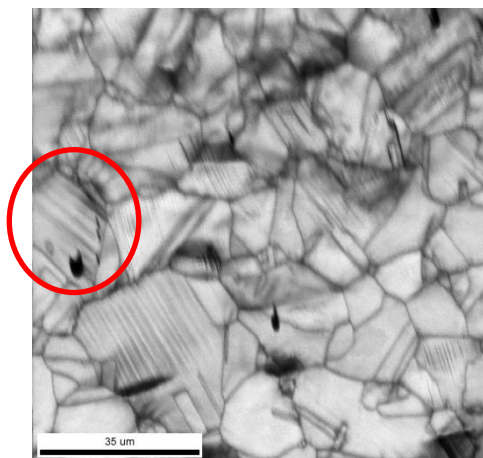
## 5.7 Schmid faktor kart

Det ble laget et Schmid faktor kart i figur 52 for prøve nummer 1 ved 0 % strekk for å studere sliplinjene som oppstod i enkelte korn. I Schmid kartet er det mange korn som er rød og oransje, det vil si at de har høy Schmid faktor, jamfør tabell i figur 52, og at det er stor sannsynlighet for at slip oppstår i disse kornene. Det er få korn som har blå og grønn farge, det vil si at de har lav Schmid faktor, og at det er liten sannsynlighet for at slip oppstår her. Den gule fargen representerer en middels Schmid faktor, jamfør tabell i figur 52. Ved å sammenligne med IQ kartene i figur 53 for prøven ved 0 %, 2 % og 4 % strekk, har slip

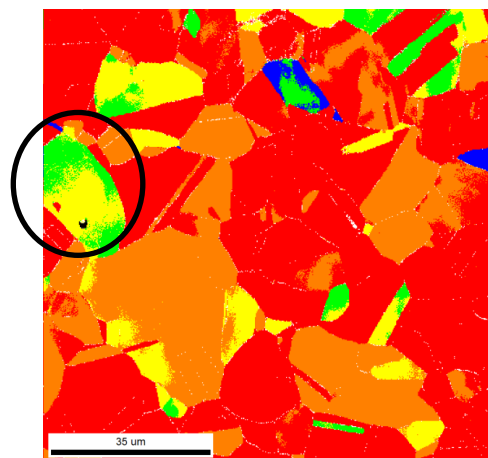


oppstått i en del korn som har rød og oransje farge. Dette stemmer overens med teorien, og det er i disse kornene man ville forventet å få slip basert på Schmid faktor kartet. Det finnes imidlertid en del røde korn, det vil si korn med høyest Schmid faktor, hvor det ikke har oppstått slip. Schmid faktor kartet tar hensyn til strekkretning, slipsystem til fasen i stålet, og hvilken orientering kornene har. I tillegg vil kornstørrelsen ha en stor betydning i forhold til slip og brudd. Korngrensler hindrer dislokasjonsbevegelse, og vil derfor øke flytegrensen. I store korn kan mange dislokasjoner stables opp, noe som medfører en større sannsynlighet for brudd enn i små korn hvor få dislokasjoner stables opp [18]. IQ kartet i figur 53 viser at mange korn med høy Schmid faktor er ganske små. Dette kan være en forklaring på hvorfor det ikke har oppstått sliplinjer i disse. Det kornet som har de tydeligste sliplinjene i IQ kartet, er også det største.

I et av kornene som har gul og grønn farge har det oppstått noe som ser ut som sliplinjer. Området er markert i figur 52 og 53 som er hentet fra resultater.



**Figur 53:** Markert område for slip i IQ kart i prøve nummer 1.



**Figur 52:** Markert område for slip i Schmid kart i prøve nummer 1.

IQ kartet er tatt fra prøve 1 ved 4 % strekk, og det markerte området er også markert i Schmid faktor kartet. Sliplinjene har oppstått hovedsakelig i det gule regimet, på grensen mot det grønne. En forklaring kan være at sliplinjene har oppstått i det gule området, som har en relativt høy Schmid faktor, for så å forplante seg inn mot det grønne området. Som tidligere nevnt, kan størrelsen på kornet ha betydning for dette resultatet også. Kornet er relativt stort, og kan derfor ha en større sannsynlighet for slip enn det som kommer frem i Schmid faktor kartet. Hans Bjerkås studerte plastisiteten i Al-Mg-Si profiler ved hjelp av EBSD i sin doktorgrad i 2007. I arbeidet brukte han hovedsakelig såkalte Taylor kart i TSL OIM Analysis, som baserer seg på samme utregninger som Schmid faktor kart. Det ble konkludert med at SEM og EBSD var godt egnet til å studere sliplinjer, til tross for en del begrensninger. Det ble også konkludert med at antall aktiverte slipsystem ofte er mindre enn det som blir beregnet ut i fra de klassiske modellene, og at en enkelt modell ikke er kompleks nok til å forutsi akkurat hvordan et materiale oppfører seg [10].

Arbeidet bekrefter at metoden ved å brukes Schmid faktor kart i TSL OIM Analysis kan være et nyttig hjelpemiddel for å studere slip i et materiale. Modellen gir derimot ikke et entydig svar, og det er viktig å ta hensyn til andre aspekter, som for eksempel kornstørrelse.



# 6 Konklusjon

Oppgaven har undersøkt hvordan det austenittiske rustfrie stålet AISI 304 oppfører seg som funksjon av temperatur og ytre påvirkninger i form av in situ deformasjon studert ved SEM og EBSD. På bakgrunn av resultatene fra eksperimentene som er gjennomført, kan følgende konklusjoner trekkes.

- In situ SEM og EBSD er et godt verktøy for å studere mikrostrukturutviklingen i et AISI 304 stål under deformasjon ved ulike temperaturer.
- Gjenbruk av kalibreringsdiffraksjonsbilder fra det første skannet gir gode kalibreringsparametere for alle påfølgende skann, og er en godt egnet metode for in situ forsøk ved repeterende skann over et område.
- AISI 304 er et relativt stabilt materiale. Martensittandelen øker noe ved deformasjon og reduserte temperaturer ned mot - 50 °C.
  - Ved 8 % strekk i romtemperatur dannes det omtrent 1 % martensitt
  - Ved 8 % strekk i - 50 °C dannes det omtrent 2,5 % martensitt
- Martensitten som dannes for prøver strukket ved romtemperatur og lav temperatur har en K-S orienteringssammenheng med austenitten den dannes fra. Dette bekrefter at den er korrekt indisert.
- Prøver som er polert og undersøkt etter deformasjon består av under 1 % martensitt. Årsaken til denne lave andelen er at målingene er foretatt inne i materialet.
- Metoden ved å brukes Schmid faktor kart er et nyttig hjelpemiddel for å studere slip i et materiale. Modellen gir ikke et entydig svar, og det er viktig å ta hensyn til andre aspekter, som for eksempel kornstørrelse.



## 7 Forslag til videre arbeid

Med bakgrunn i det arbeidet og erfaringer som er gjort i forbindelse med denne oppgaven blir følgende forslag til videre arbeid gitt:

- Gjøre forbedringer på utstyr for nedkjøling i SEM slik at temperaturmålingene blir mer pålitelige.
- Modifisere strekkbord slik at strekkprosent blir mer nøyaktig.
- Utføre større deformasjoner på materialet for å teste kalibreringsmetode nummer 1. Ved å deformere til en såpass høy strekkprosent at den konvensjonelle kalibreringsmetoden ikke egner seg, kan kalibreringsmetode nummer 1 testes i større grad.
- Se nærmere på Schmid faktor kart, og på hvor stor rolle kornstørrelsen spiller for dannelse av sliplinjer.
- Utføre en mer omfattende og repeterende nedkjølingsprosess av stålet for i større grad å se på martensittdannelsen som følge av nedkjøling.
- Finne de samme områdene som blir undersøkt i in situ etter at prøvene er slipt og elektropolert for å se nærmere på martensittdannelse.
- Studere martensittdannelsen i et austenittisk rustfritt 316 stål som i teorien er mer stabilt enn AISI 304 for å se på forskjellene. AISI 316 er et austenittisk stål som er mye brukt i olje- og gass produksjon.



## 8 Bibliografi

- [1] C. Thaulow, J. Ødegård og E. Østby, *Artic Steels, Criteria for safe materials utilisation*, Trondheim: NTNU/SINTEF, 2006.
- [2] H. Hemmer, *Forelesningsnotater, TMAK3002 Materialteknikk Offshore*, Høst 2012.
- [3] D. Larbalestier og H. King, *Austenitic Stainless Steels at Cryogenic Temperatures I- Structural Stability and Magnetic Properties*, Cryogenics, 1973, pp. 160-168.
- [4] J. Talonen, P. Nenonen, G. Pape og H. Hänninen, *Effect of Strain Rate on the Strain-Induced Martensite - Martensite Transformation and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels*, Metallurgical and materials transactions, 2005, pp. 421-432.
- [5] R. Reed og R. Mikesell, *The Stability of Austenitic Stainless Steels at Low Temperatures as Determined by Magnetic Measurements*, Vol.4 red., Advances in Cryogenic Engineering, 1960, pp. 84-100.
- [6] C. Guntner og R. Reed, *The effect of experimental variables including the martensitic transformation on the low temperature mechanical properties of austenitic stainless steels*, Transactions of the American Society of Metals, 1962, pp. 399-419.
- [7] C. Meichuan, T. Daisuke, S. Akinbo og T. Nobuhiro, *Identical Area Observation of Deformation Induced Martensitic Transformation in SUS304 Austenitic Stainless Steel*, Materials Transactions, 2013, pp. 308-313.
- [8] E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta og J. Sölyom, *Deformation induced martensitic transformation in stainless steels*, Materials Science and Engineering, 2004, pp. 308-313.
- [9] K. Spencer, M. Vèron, K. Yu-Zhang og J. Embury, *The strain induced martensite transformation in austenitic stainless steels, Part I- Influence of temperature and strain history*, Materials Science and Technology, 2009, pp. 7-17.
- [10] H. Bjerås, *Characterisation and Plasticity in Extruded Al-Mg-Si Profiles engaging In-situ EBSD*, Institutt for Materialteknologi, NTNU, Doktoroppgave, 2007.
- [11] T. Gruben Sætran, *Utvikling av metode for bråkjøling i SEM og in situ EBSD-karakterisering av faseformasjoner i F 70 stål*, Institutt for Materialteknologi, NTNU, Masteroppgave, 2012.
- [12] J. Hovde Pedersen, *In situ strekkforsøk med EBSD karakterisering av HSLA-stål ved romtemperatur og -60 C*, Institutt for Materialteknologi, NTNU, Masteroppgave, 2011.
- [13] M. Karlsen, Ø. Grong, M. Søfferud, J. Hjelen, G. Rørvik og R. Chiron, *Scanning Electron Microscopy/Electron Backscatter Diffraction- Based Observations of Martensite Variant Selection and Slip Plane Activity in Supermartensitic Stainless Steels During Plastic Deformation at Elevated, Ambient and Subzero Temperatures*, Metallurgical and materials transactions A, 2009, pp. 310-320.
- [14] O. Kigen Bjerjing, *In situ EBSD-karakterisering av sprekkvekst i et HSLA-stål ved -60 C*, NTNU, Institutt for Materialteknologi, NTNU, Masteroppgave, 2010.
- [15] M. Søfferud, *Høyhastighets EBSD og karakterisering av supermartensittisk rustfritt stål deformert in-situ i SEM*, Institutt for Materialteknologi, NTNU, Masteroppgave, 2008.

- [16] ASTM International, *ASTM A 240/ A240M-Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications*, ASTM International.
- [17] NORSOK, *NORSOK M-001: Materials Selection*, NORSOK, 2002.
- [18] J. K. Solberg, *Teknologiske Metaller og Legeringer*, NTNU- Institutt for materialteknologi, Kompendium, 2011.
- [19] TSL/EDAX, *OIM Analysis Tutorials*, Hefte.
- [20] ASM International, *ASM Handbook: Volume 3: Alloy Phase Diagrams*, ASM International; 10 edition, 1992.
- [21] K. Shah, «I-T Diagram and Cooling Curves,» [Internett]. Available: <http://practicalmaintenance.net/?p=1345>. [Funnet April 2014].
- [22] F. P. Fulay, D. R. Askeland og W. J. Wright, *The Science & Engineering of Materials*, Cengage Learning, 2011.
- [23] F. Lecroisey og A. Pineau, *Martensitic Transformations Induced by Plastic Deformation in the Fe-Ni-Cr-C System*, Metallurgical Transactions, 1972, pp. 391-400.
- [24] V. Seetharaman, *Deformation and martensitic transformation*, Bulletin of Materials Science, 1984, pp. 703-716.
- [25] S. Chatterjee, *Transformation in TRIP-assisted Steels: Microstructure and Properties*, Darwin College, University of Cambridge, 2006.
- [26] T. Byun, N. Hashimoto og K. Farrell, *Temperature dependence of strain hardening and plastic instability in austenitic stainless steels*, Acta Materialia, 2004, pp. 3889-3899.
- [27] H. Bhadeshia, *Martensite in Steels*, 2002.
- [28] R. Naraghi, *Martensitic Transformation in Austenitic Stainless Steels*, Stockholm, Sweden: Royal Institute of Technology, Department of Materials Science and Engineering, 2009.
- [29] H. Bhadeshia og R. Honeycombe, *Steels- Microstructure and properties*, vol. Third edition, Butterworth-Heinemann: An imprint of Elsevier, 2006.
- [30] H. Kitahara, R. Ueki, N. Tsuji og Y. Minamino, *Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel*, 54 red., Acta Materialia, 2006, pp. 1279-1288.
- [31] A. Gourgues-Lorenzon, *Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations*, Vol.52,issue 2 red., International materials review, 2007, pp. 65-128.
- [32] G. Kurdjumov og G. Sachs, *Z. Phys*, 1930, pp. 325-343.
- [33] S. Lee, J. Kang, H. Han, K. Oh, H. Lee, D. Suh og S. Kim, *Variant Selection in Mechanically-induced Martensitic Transformation of Metastable Austenitic Steel*, ISIJ International, 2005, pp. 1217-1219.
- [34] «Martensitic Transformation,» [Internett]. Available: <http://labs.mete.metu.edu.tr/sma/smatext/MART.htm>. [Funnet januar 2014].
- [35] Y. Mishiro, S. Nambu, J. Inoue og T. Koseki, *Effect of Stress on Variant Selection in Lath Martensite in Low-carbon Steel*, ISIJ International, 2013, pp. 1453-1461.
- [36] R. Naraghi, *Martensitic Transformation in Austenitic Stainless Steels*, Stockholm, Sweden: Royal Institute of Technology- Department of Materials and Science Engineering, 2009.
- [37] Struers, *Preparation of ferrous metals for Electron Backscatter Diffraction (EBSD) analysis*, Oxford Instruments, 2010.



- [38] R. Schwarzer, D. Field, B. Adams, M. Kumar og A. Schwartz, *Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments*, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, 2009, pp. 1-20.
- [39] Oxford Instruments Analytical, *Electron Backscatter Diffraction Explained*, England: Oxford Instruments, Hefte, 2004.
- [40] D. Stojakovic, *Electron backscatter diffraction in materials characterization*, Processing and Application of Ceramics, 2012, pp. 1-13.
- [41] P. Trimby, *Improving the spatial resolution of ESD using transmission Kikuchi diffraction in the SEM*, Oxford Instruments, 2013.
- [42] D. Field, *Improving the Spatial Resolution of EBSD*, Microscopy and Microanalysis, 2005, pp. 52-53.
- [43] H. Chien, B. El-Dasher, A. Rollett og G. Rohrer, «Understanding the TSL EBSD Data Collection System,» 2009. [Internett]. Available: <http://www.google.no/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&ved=0CDkQFjAB&url=http%3A%2F%2Fneon.materials.cmu.edu%2Frollett%2F27750%2FOIM-acquisition-guide-6Nov09.ppt&ei=EK-IUuLCNqWS4ASr9YCIAG&usg=AFQjCNETTKr1c8imJw9OID8N3rR82rh8fw&sig2=ryVllo-gKzaXmhLZ>. [Funnet 17 11 2013].
- [44] F. Humphreys, *Review Grain and Subgrain Characterisation by Electron Backscatter Diffraction*, Journal of Materials Science, 2001, pp. 3833-3854.
- [45] J. Hjelen, *Forelesningsnotater, TMM 4300, Lys og Elektronmikroskopi, EBSD*, NTNU, Trondheim, 2013.
- [46] Y. Chen, J. Hjelen, S. Gireesh og H. Roven, *Optimization of EBSD parameters for ultra-fast characterization*, Vol. 245, Issue 2 red., Trondheim: Journal of Microscopy, 2011, pp. 111-118.
- [47] D. P. Field, *Recent advances in the application of orientation imaging*, Ultramicroscopy, 1997, pp. 1-9.
- [48] TSL- A Subsidiary of EDAX Inc., *TSL Technical Note- Advanced Materials Analysis Via Orientation Imaging Microscopy(OIM)*, TSI/EDAX, Hefte.
- [49] Oxford instruments, «EBSD Analysis- Pattern Quality Maps,» [Internett]. Available: <http://www.ebsd.com/index.php/ebsd-analysis/types-of-ebsd-experiment/pattern-quality-maps>. [Funnet Oktober 2013].
- [50] S. I. Wright og M. M. Nowell, *EBSD Image Quality Mapping*, vol. 2006, Microscopy and Microanalysis, 2006, pp. 72-84.
- [51] M. M. Nowell og S. I. Wright, *Orientation effects on indexing of electron backscatter diffraction patterns*, Ultramicroscopy, 2005, pp. 41-58.
- [52] TSL/EDAX, *OIM Analysis Tutorials, Hefte*.
- [53] M. M. Nowell og S. I. Wright, *Orientation effects on indexing of electron backscatter diffraction patterns*, Ultramicroscopy, 2005.
- [54] S. Wright, D. Field og M. Nowell, *Impact of Local Texture on Recrystallization and Grain Growth via In-Situ EBSD*, Vol. 495-497 red., Materials Science Forums, 2005, pp. 1121-1130.
- [55] TSL/EDAX, «Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Analysis,» [Internett]. Available: [http://www2.warwick.ac.uk/fac/sci/physics/research/condensedmatt/microscopy/facilities/useful\\_information/specimenpreparation.pdf](http://www2.warwick.ac.uk/fac/sci/physics/research/condensedmatt/microscopy/facilities/useful_information/specimenpreparation.pdf). [Funnet 17 11 2013].

- [56] G. L. Wynick og C. J. Boehlert, *Use of electropolishing for enhanced metallic specimen preparation for electron backscatter diffraction analysis*, vol. 2005, Materials Characterization, 2004, pp. 190-202.
- [57] JFE Steels, *Properties of 9% Ni Sample Plates*, 2011.
- [58] A. Sømme, *Supermartensitic offshore stainless steel- transformation of retained austenite*, Institutt for Materialteknologi, NTNU, Masteroppgave, 2011.

# Vedlegg I

## Resultat

### I. Resultat del 1- indiseringsmetoder

Tabell 15 viser gjennomsnittlig CI,IQ og FIT for de to forskjellige indiseringsmetodene for prøve nummer 2 strekt til 10 % ved romtemperatur.

*Tabell 1: Kvalitet på EBSD mønsteret til prøve nummer 2 ved to forskjellige indiseringsmetoder*

Prøve 2,strekk ved romtemperatur						
%Strekk	Metode 1			Metode 2		
	CI	IQ	FIT	CI	IQ	FIT
0 %	0,76	263,69	0,64	0,76	263,69	0,64
2 %	0,76	263,69	0,64	0,76	254,79	0,66
4 %	0,75	254,79	0,66	0,75	228,08	0,7
6 %	0,74	228,08	0,7	0,74	188,59	0,77
8 %	0,69	188,59	0,77	0,69	156,93	0,87
10 %	0,57	132,72	0,97	0,57	132,72	0,97

Tabellen viser at for prøve nummer 2 gir indiseringsmetode en og to eksakt samme kvalitet på mønsteret.

Tabell 17 viser gjennomsnittlig CI,IQ og FIT for de to forskjellige indiseringsmetodene for prøve nummer 5 strekt til 12 % ved - 47 °C..

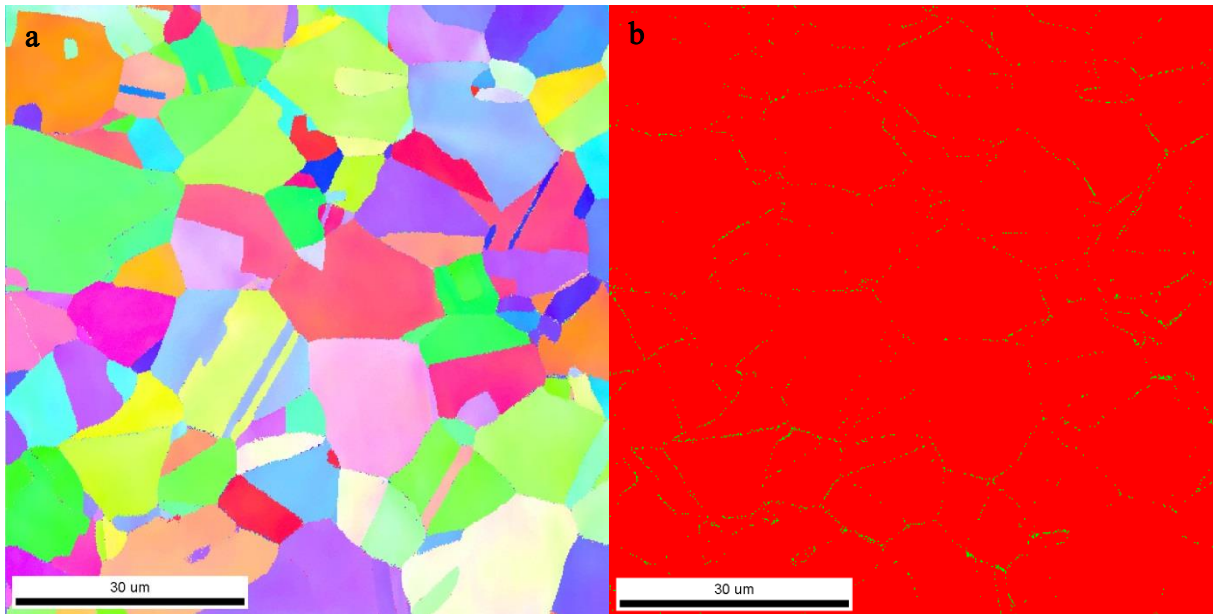
*Tabell 2: Kvalitet på EBSD mønsteret til prøve nummer 5 ved to forskjellige indiseringsmetoder*

Prøve 5,strekk ved - 47 °C						
%Strekk	Metode 1			Metode 2		
	CI	IQ	FIT	CI	IQ	FIT
0 %	0,66	219,45	0,81	0,68	185,86	0,88
8 %	0,34	108,34	1,37	0,49	107,45	1,18
12 %	0,24	87,07	1,55	0,38	82,57	1,35

Tabellen viser at metode nummer en gir dårligere kvalitet på mønsteret enn metode nummer to

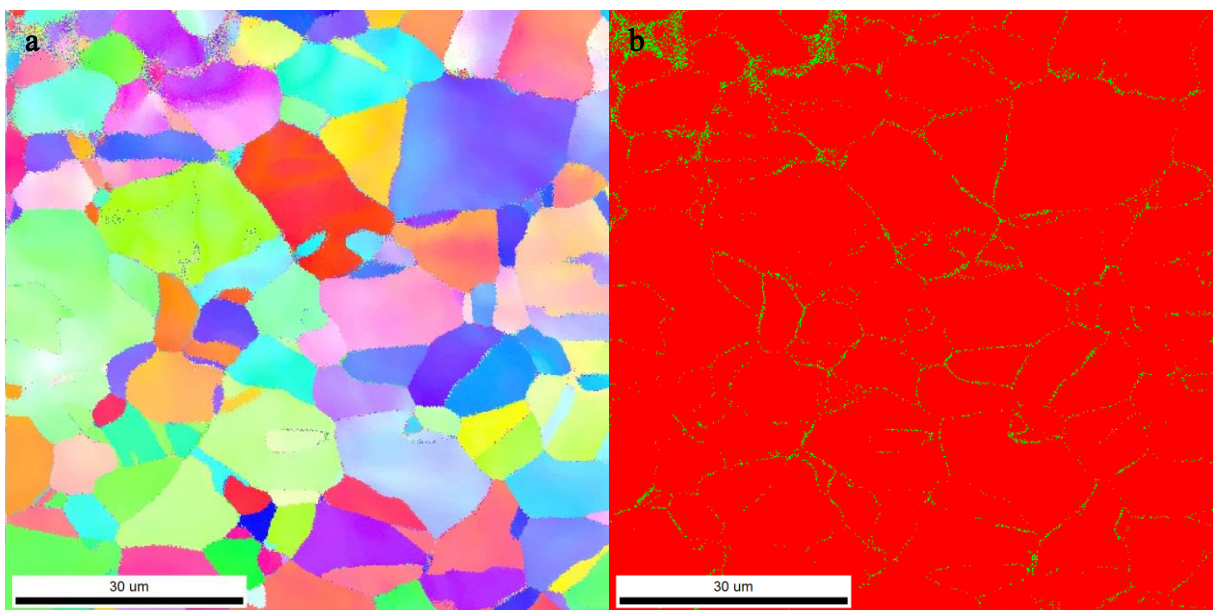
## II. Resultat del 1- prøver kjølt i flytende nitrogen

Figur 1 viser orienteringskart og fasekart for et utvalgt område av prøve to før nedkjøling. I fasekartet representerer grønn martensitt og rød austenitt.



*Figur 1: Orienteringskart(a) og fasekart(b) for prøve to før nedkjøling*

Gjennomsnittlig IQ, fit og CI verdier er henholdsvis 252,0,61 og 0,77. Andel martensitt er 1,5 %. Figur 2 viser orienteringskart og fasekart for det samme området etter at prøven er nedkjølt i flytende nitrogen og rensset på nytt. I fasekartet er grønn martensitt og rød austenitt.



*Figur 2: Orienteringskart(a) og fasekart(b) for prøve to etter nedkjøling*

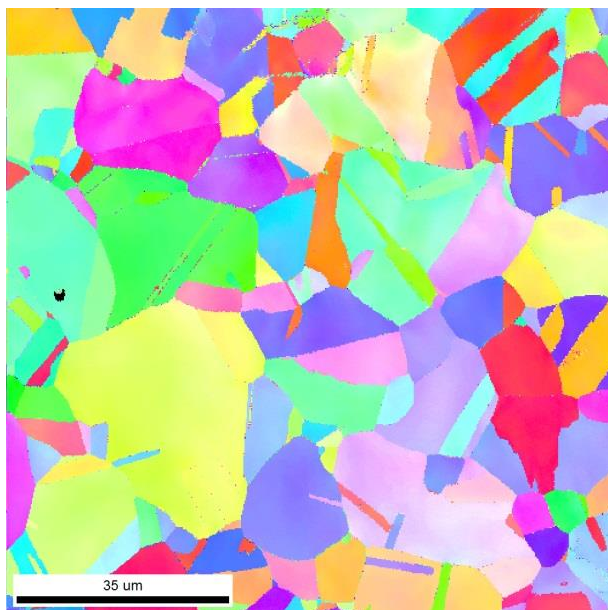
Gjennomsnittlig IQ, fit og CI verdier er henholdsvis 216,0,80 og 0,68. Andel martensitt etter kjøling er 2,4 %.

### III. Resultat del 3- In situ strekktesting

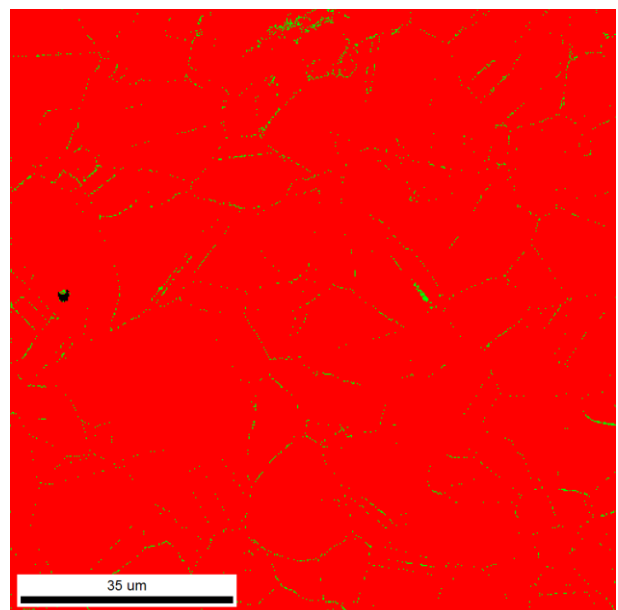
IPF, IQ og fasekart til samtlige in situ prøver som ikke er lagt frem i kap. 4 Resultater, er presentert her.

#### Prøve 1- Strekt til 8 % ved romtemperatur

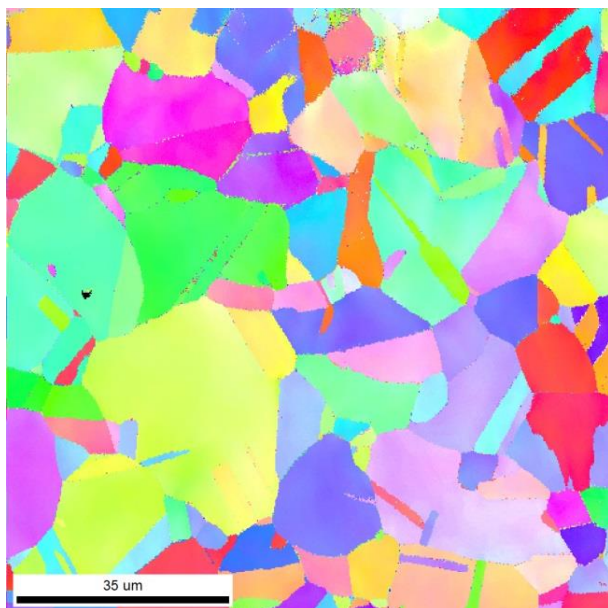
Figur 3-12 viser orienteringskartene og fasekartene til prøve nummer 1 ved 0 %, 2 %, 4 %, 6 % og 8 % strekk.



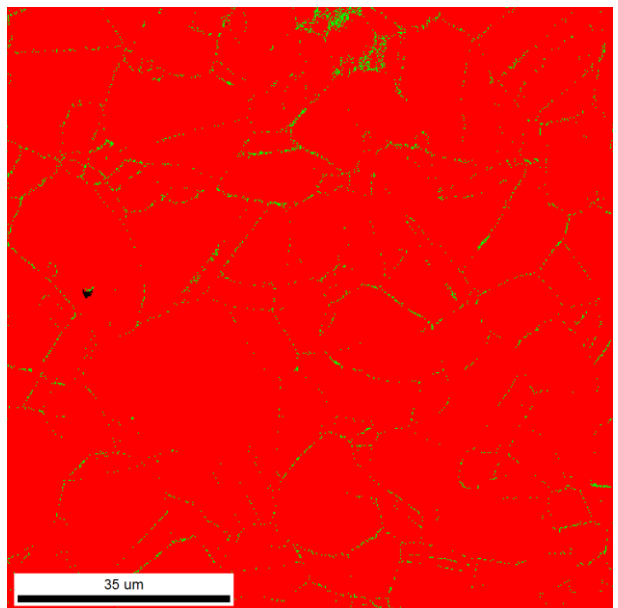
*Figur 3: IPF kart til prøve nummer 1 ved 0 % strekk*



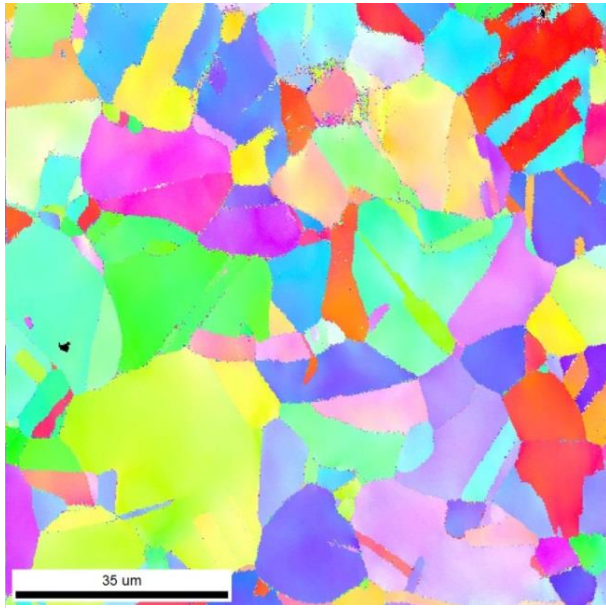
*Figur 4: Fasekart til prøve nummer 1 ved 0 % strekk*



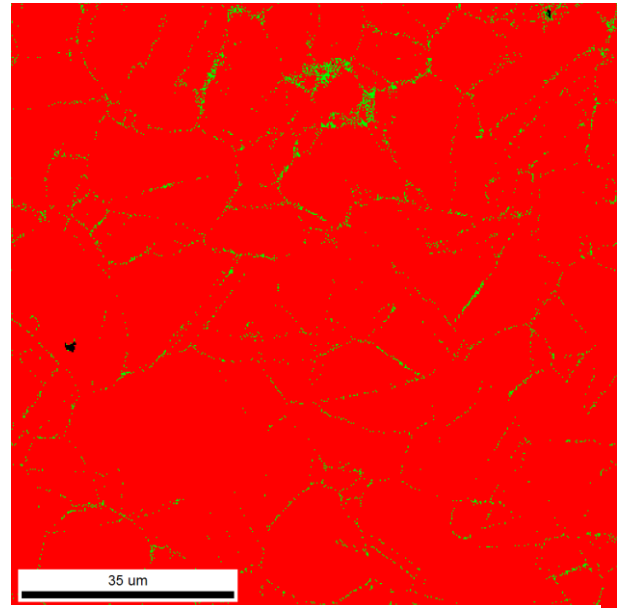
*Figur 5: IPF kart til prøve nummer 1 ved 2 % strekk*



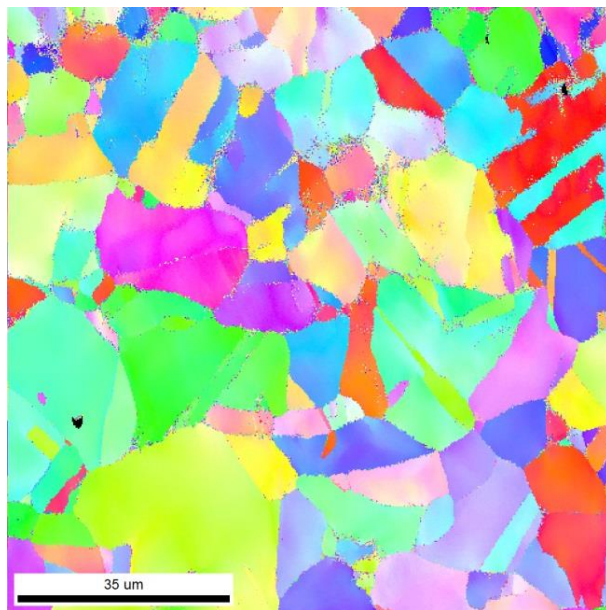
*Figur 6: Fasekart til prøve nummer 1 ved 2 % strekk*



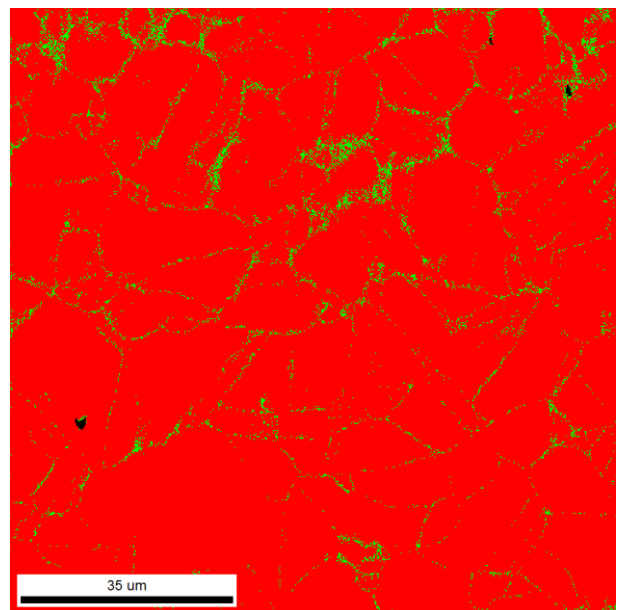
**Figur 7:** IPF kart til prøve nummer 1 ved 6 % strekk



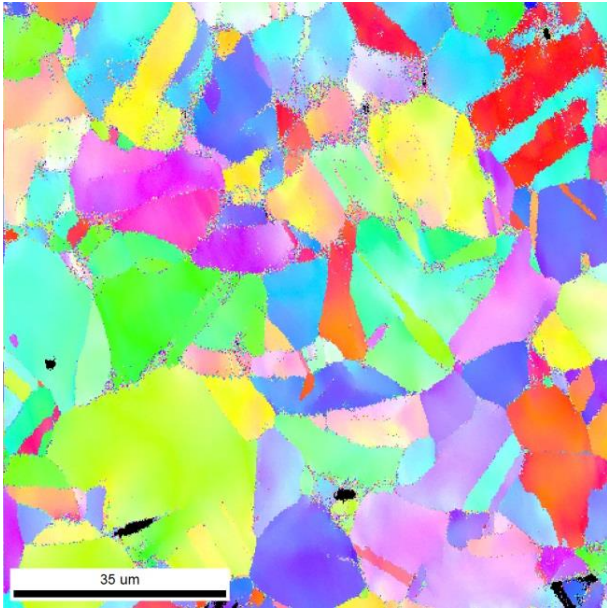
**Figur 8:** Fasekart til prøve nummer 1 ved 6 % strekk



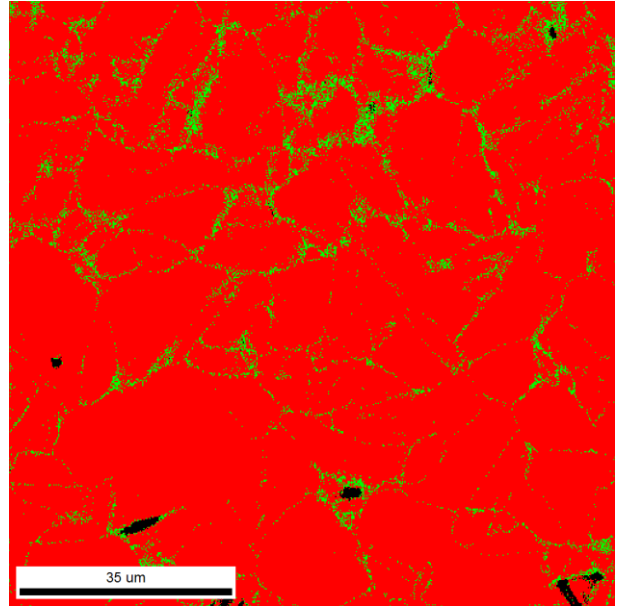
**Figur 9:** Fasekart til prøve nummer 1 ved 4 % strekk



**Figur 10:** IPF kart til prøve nummer 1 ved 4 % strekk

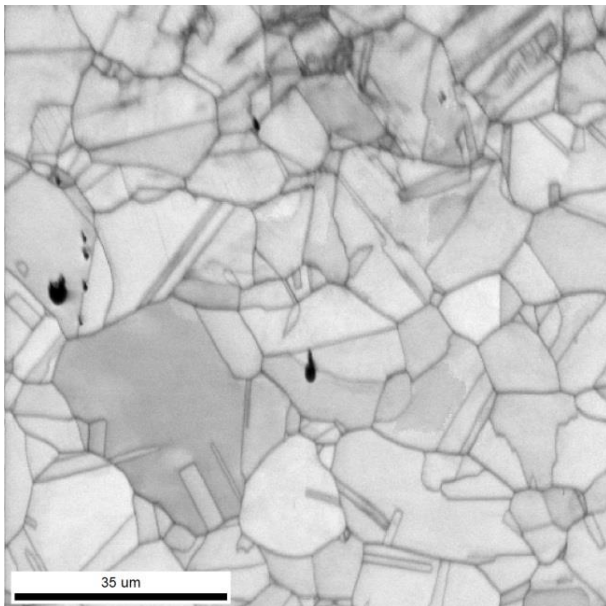


**Figur 11:** IPF kart til prøve nummer 1 ved 8 % strekk

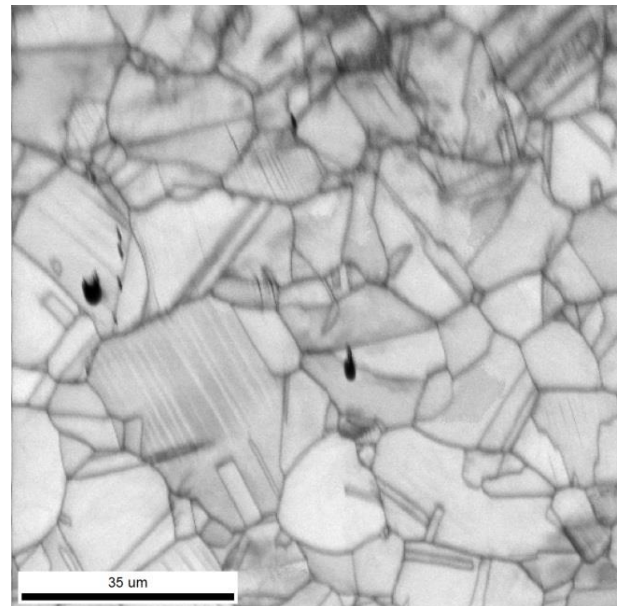


**Figur 12:** Fasekart til prøve nummer 1 ved 8 % strekk

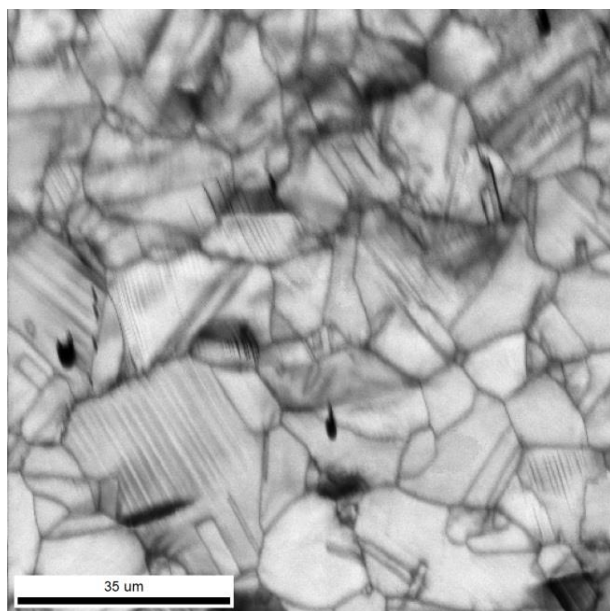
Figur 13-17 viser IQ kartene til prøve nummer 1 ved 0 %, 2 %, 4 %, 6 % og 8 % strekk



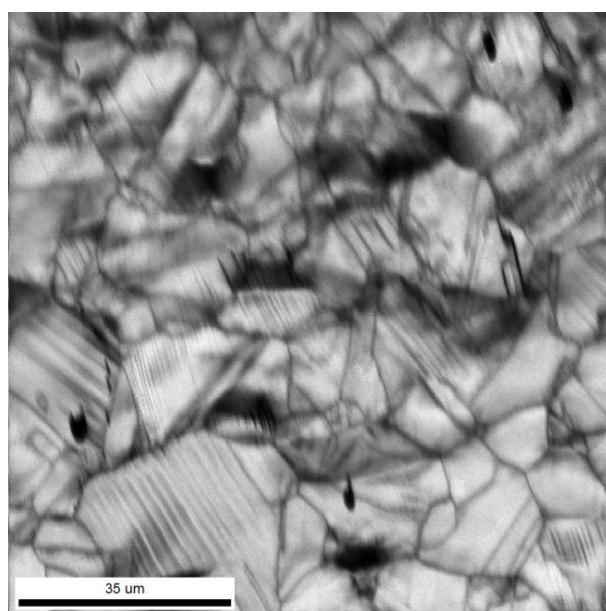
**Figur 13:** IQ kart til prøve nummer 1 ved 0 % strekk



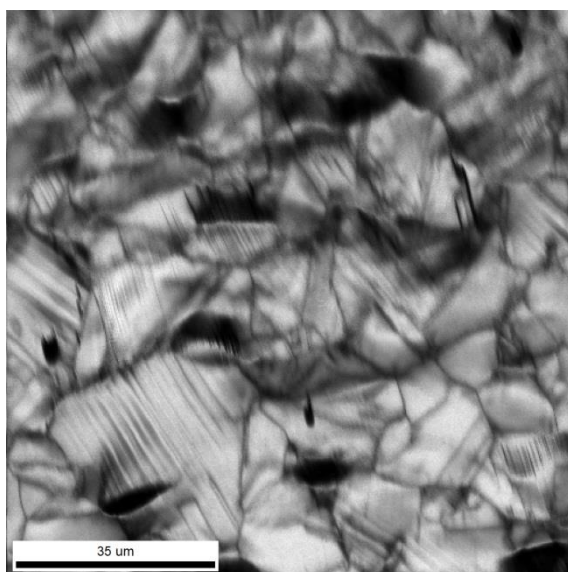
**Figur 14:** IQ kart til prøve nummer 1 ved 2 % strekk



**Figur 15:** IQ kart til prøve nummer 1 ved 4 % strekk



**Figur 16:** IQ kart til prøve nummer 1 ved 6 % strekk

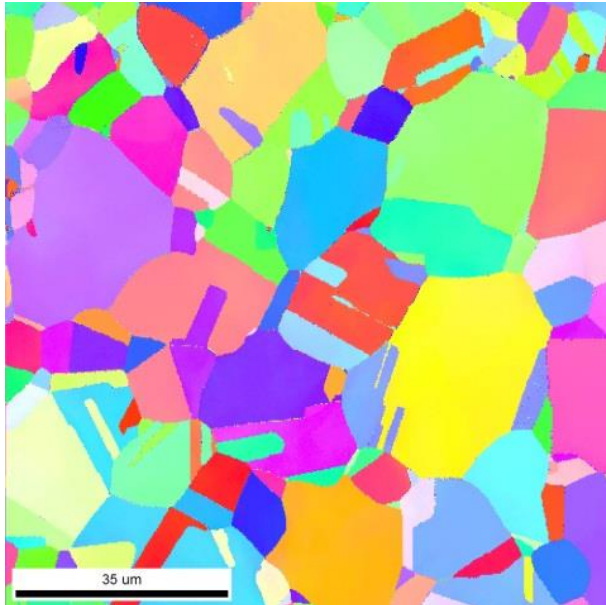


**Figur 17:** IQ kart til prøve nummer 1 ved 8 % strekk

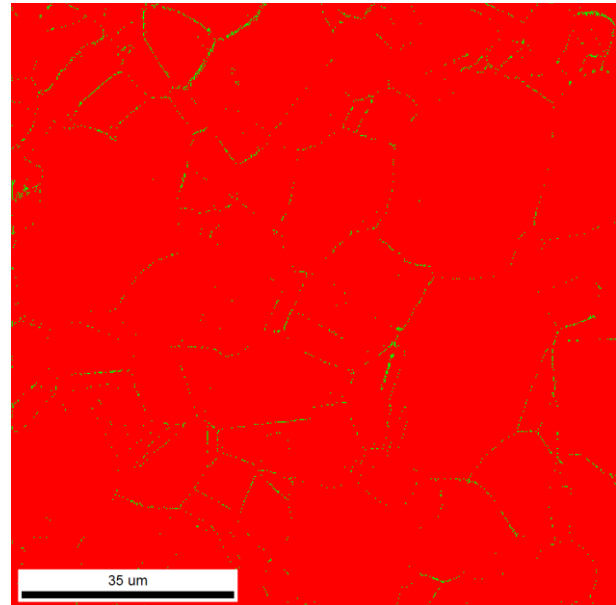


## Prøve 2- strekt til 10 % ved romtemperatur

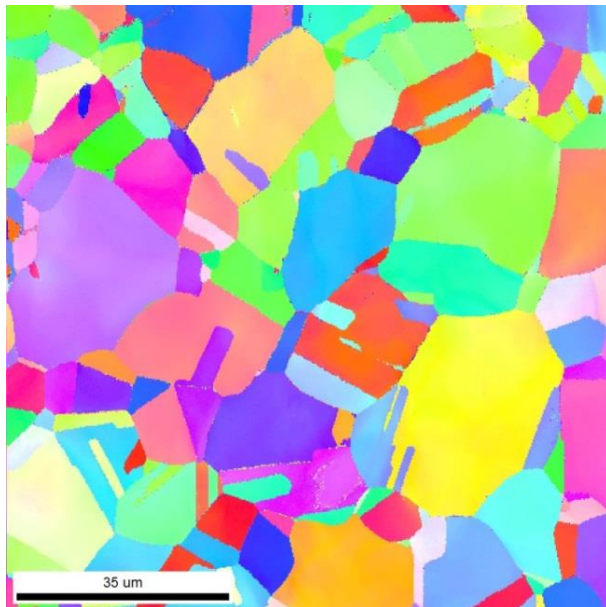
Figur 18-23 viser orienteringskartene og fasekartene til prøve nummer 2 ved 2 %, 4 % og 6 % strekk.



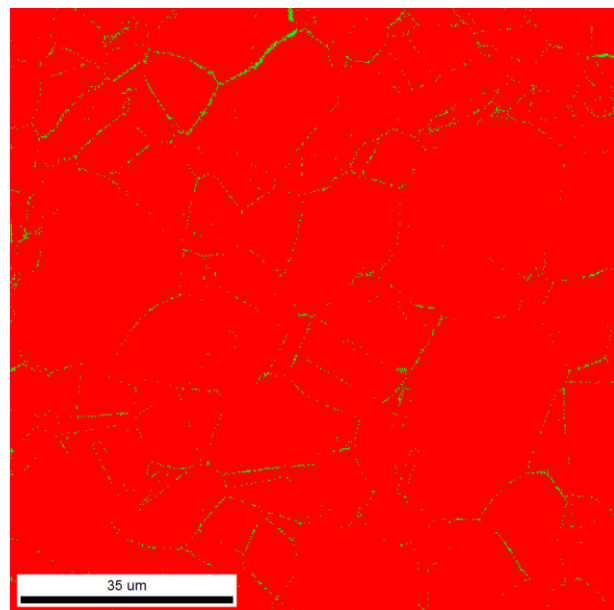
*Figur 18: IPF kart til prøve nummer 2 ved 2 % strekk*



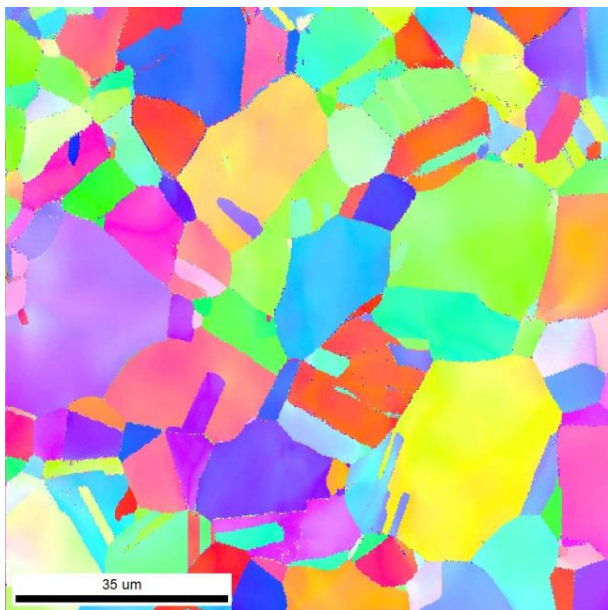
*Figur 19: Fasekart til prøve nummer 2 ved 2 % strekk*



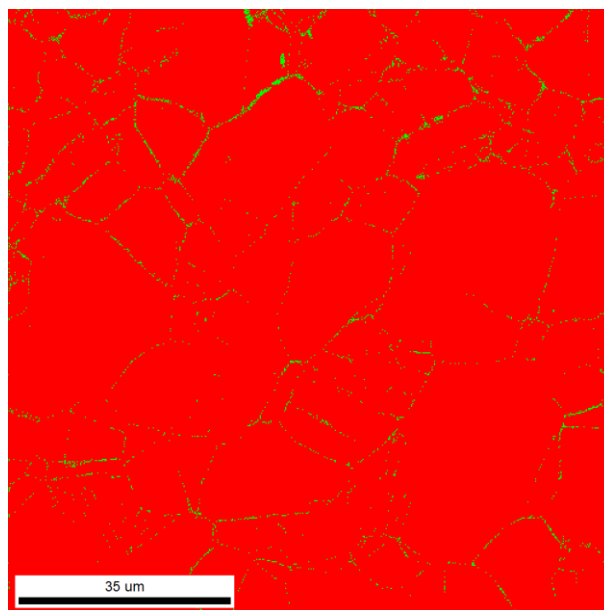
*Figur 20: IPF kart til prøve nummer 2 ved 4 % strekk*



*Figur 21: Fasekart til prøve nummer 2 ved 4 % strekk*

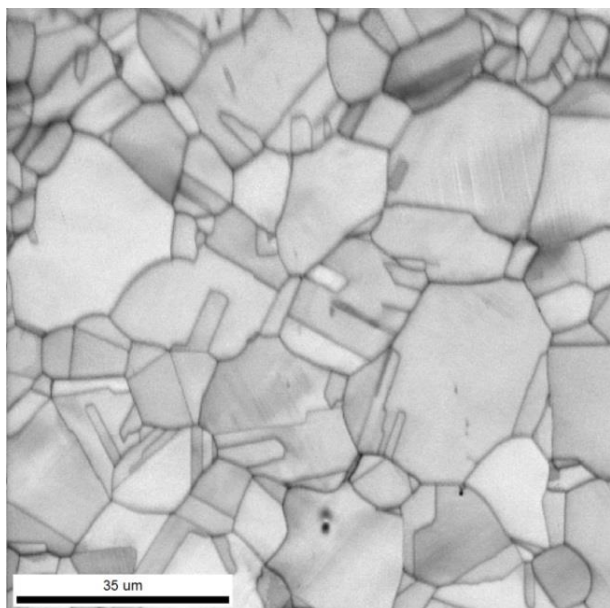


**Figur 22:** Fasekart til prøve nummer 2 ved 6 % strekk

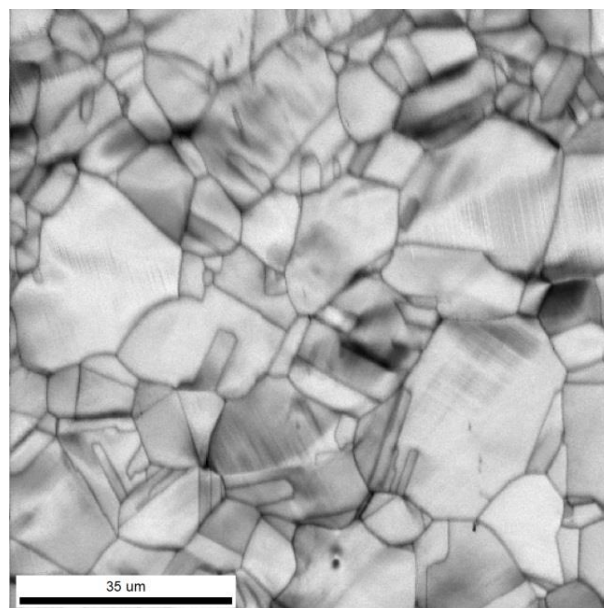


**Figur 23:** IPF kart til prøve nummer 2 ved 6 % strekk

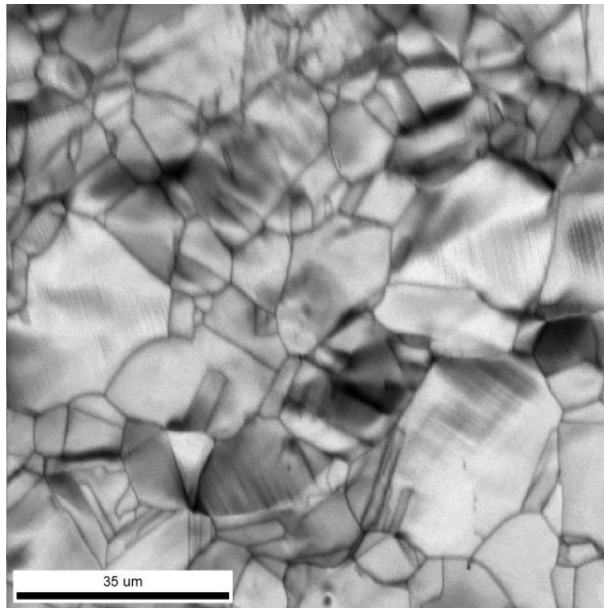
Figur 24-26 viser IQ kartet til prøve nummer 2 ved 2 %, 4 % og 6 % strekk



**Figur 24:** IQ kart til prøve nummer 2 ved 2 % strekk.



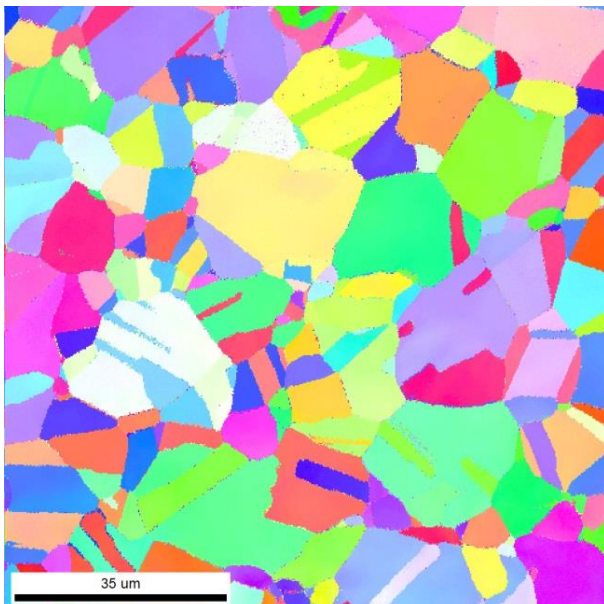
**Figur 25:** IQ kart til prøve nummer 2 ved 4 % strekk.



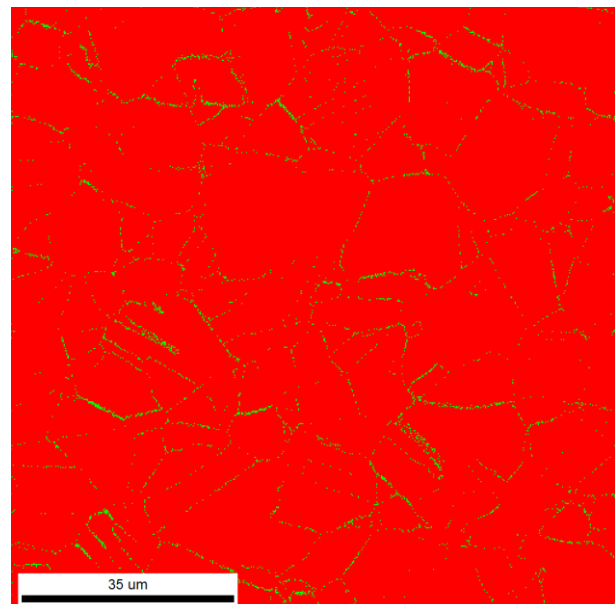
*Figur 26: IQ kart til prøve nummer 2 ved 6 % strekk.*

## **Prøve 4- strekt til 12 % ved -50,7**

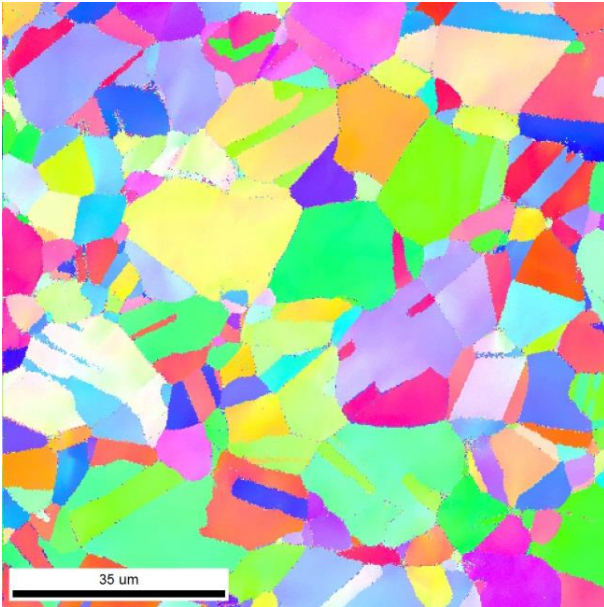
Figur 27-38 viser orienteringskartene og fasekartene til prøve nummer 4 ved 0 %, 2 %, 4 %, 6 %, 8 % og 12 % strekk.



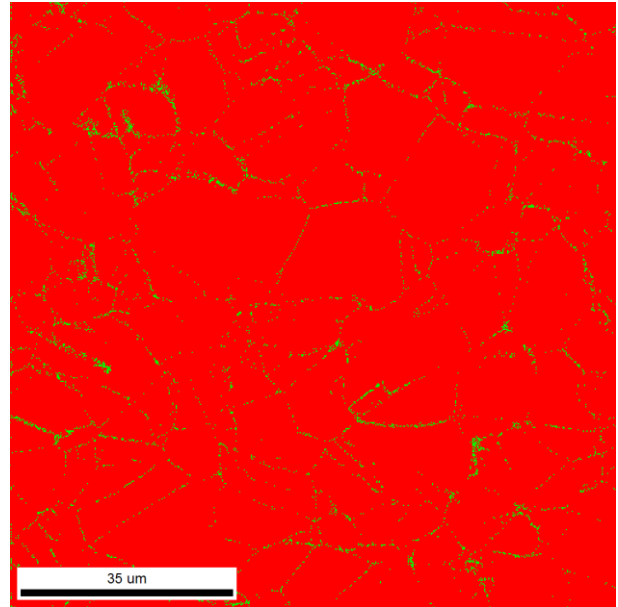
*Figur 27: IPF kart til prøve nummer 4 ved 0 % strekk*



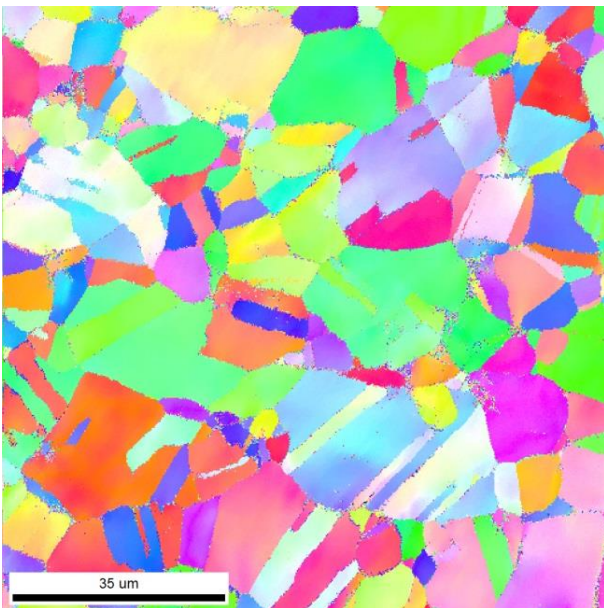
*Figur 28: Fasekart til prøve nummer 4 ved 0 % strekk*



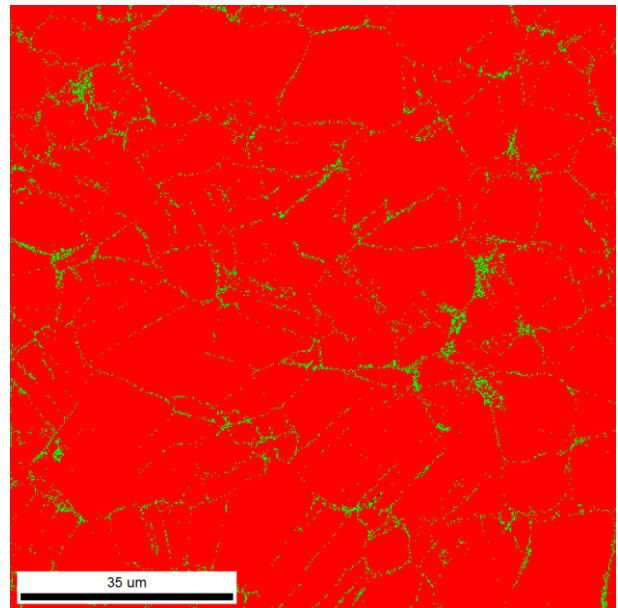
**Figur 29:** Fasekart til prøve nummer 4 ved 2 % strekk



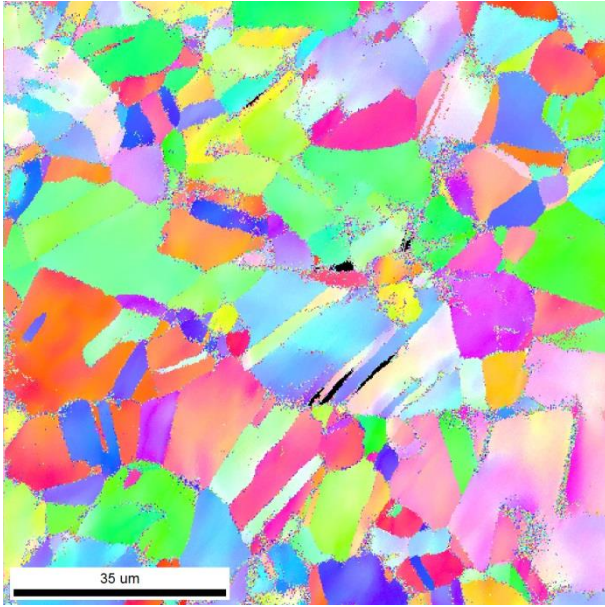
**Figur 30:** Fasekart til prøve nummer 4 ved 2 % strekk



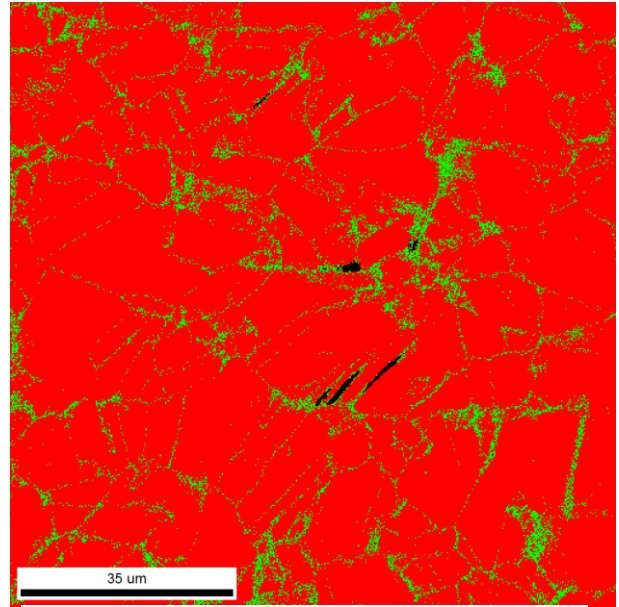
**Figur 31:** IPF kart til prøve nummer 4 ved 4 % strekk



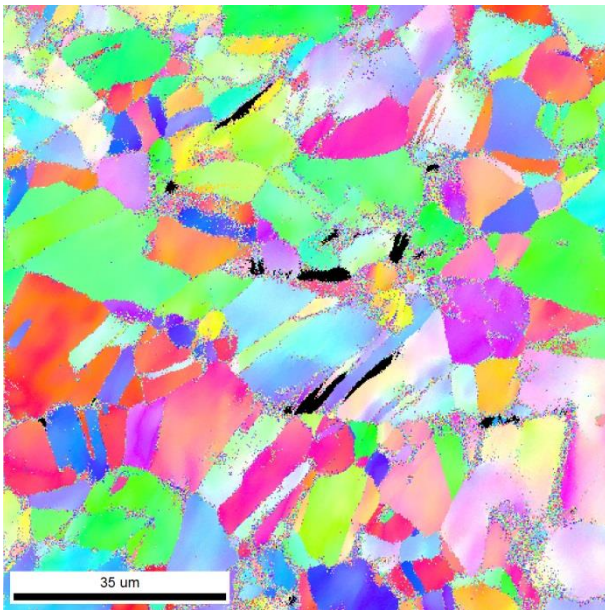
**Figur 32:** IPF kart til prøve nummer 4 ved 4 % strekk



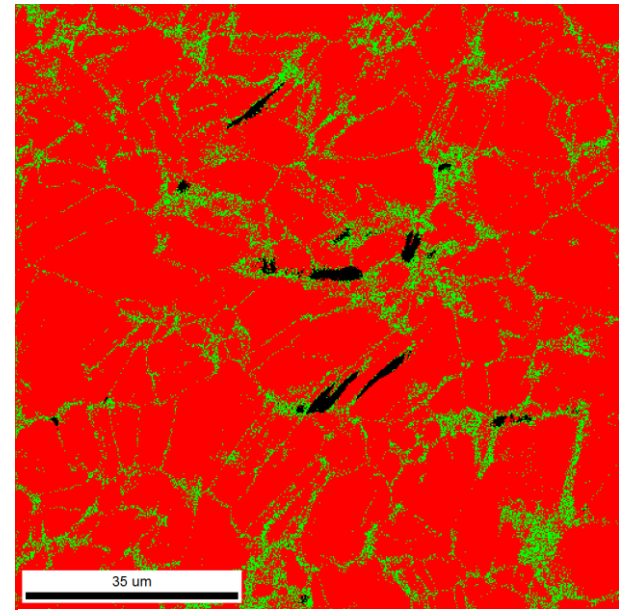
*Figur 33: IPF kart til prøve nummer 4 ved 6 % strekk*



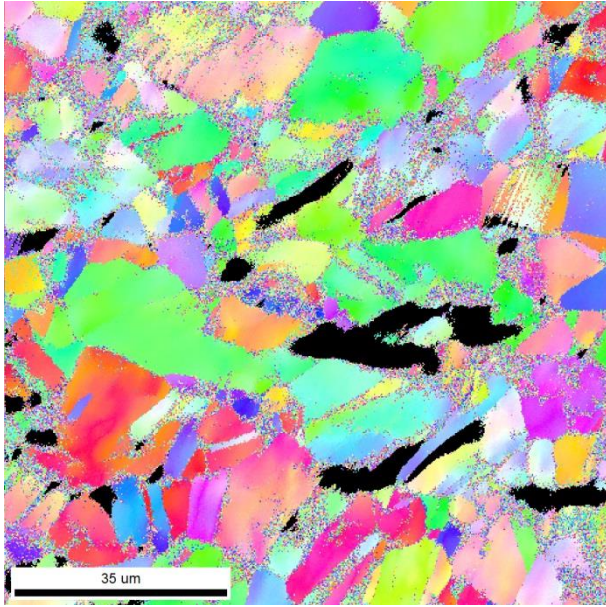
*Figur 34: Fasekart til prøve nummer 4 ved 6 % strekk*



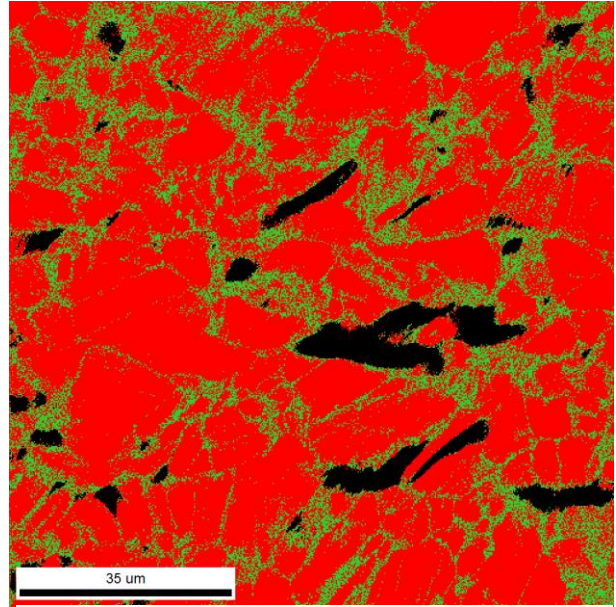
*Figur 35: Fasekart til prøve nummer 4 ved 8 % strekk*



*Figur 36: IPF kart til prøve nummer 4 ved 8 % strekk*

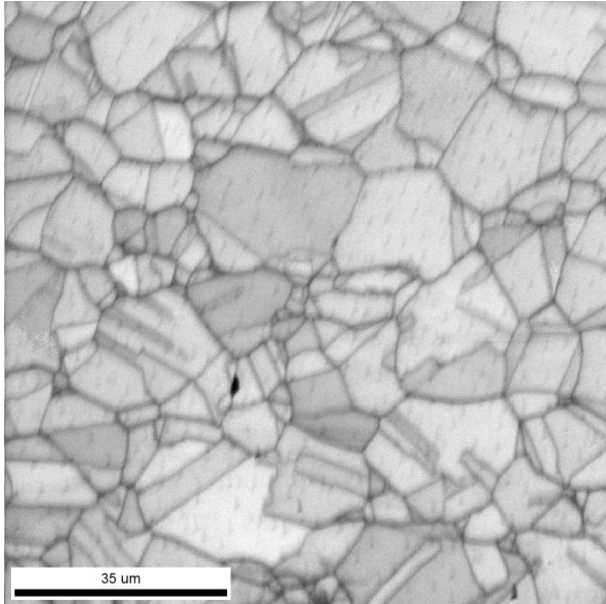


**Figur 37:** Fasekart til prøve nummer 4 ved 12 % strekk

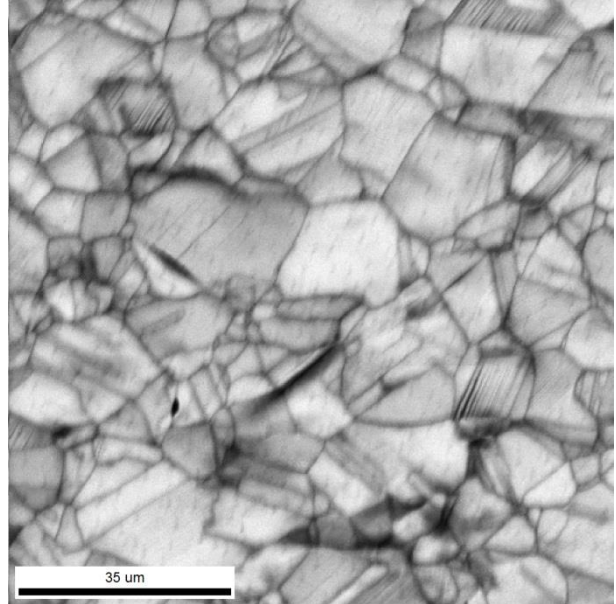


**Figur 38:** IPF kart til prøve nummer 4 ved 12 % strekk

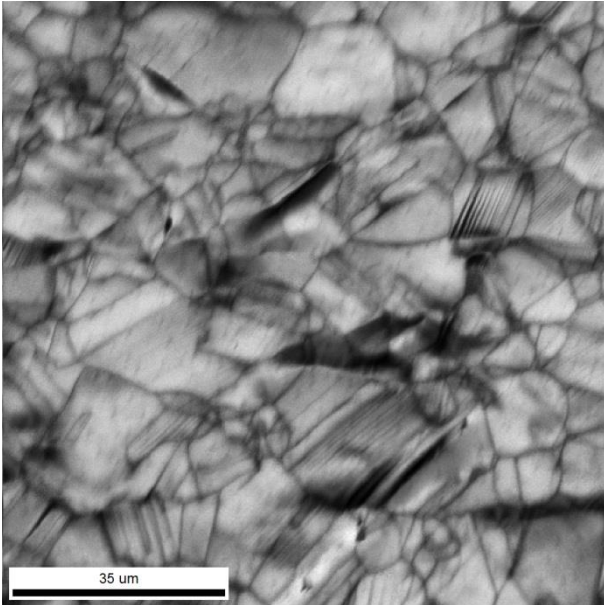
Figur 39-44 viser IQ kartene til prøve nummer 4 ved 0 %, 2 %, 4 %, 6 %, 8 % og 12 % strekk.



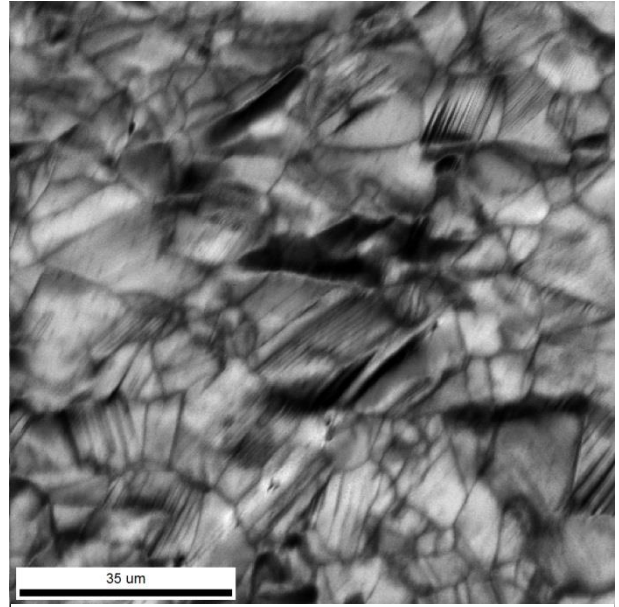
**Figur 39:** IQ kart til prøve nummer 4 ved 0 % strekk



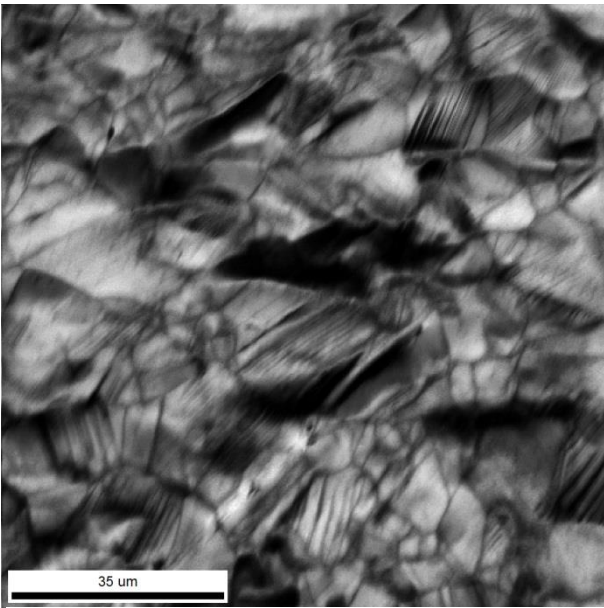
**Figur 40:** IQ kart til prøve nummer 4 ved 2 % strekk



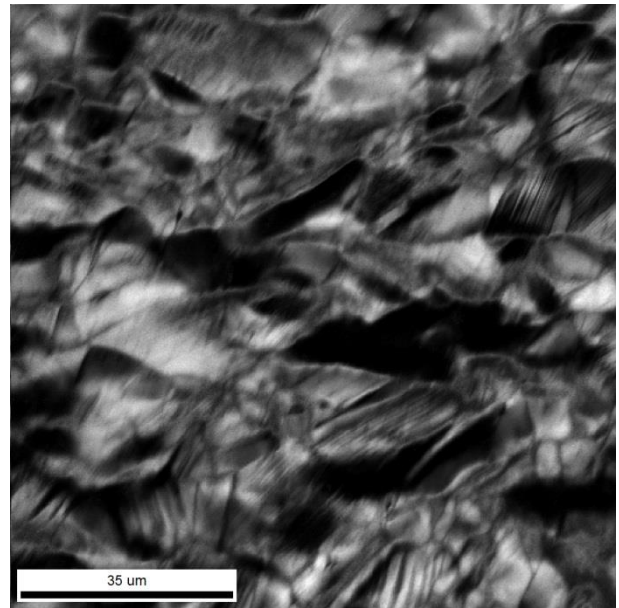
**Figur 41:** IQ kart til prøve nummer 4 ved 4 % strekk



**Figur 42:** IQ kart til prøve nummer 4 ved 6 % strekk



**Figur 43:** IQ kart til prøve nummer 4 ved 8 % strek



**Figur 44:** IQ kart til prøve nummer 4 ved 12 % strekk





# Vedlegg II

## Assembly manual

Assembly manual for in situ tensile stage and cold finger on Zeiss Gemini Ultra 55 Limited Edition

### Tools required

1. Hexagonal keys
2. Plastic gloves. Always use plastic gloves when working inside the SEM, or with equipment that goes into the SEM.
3. Shred of foam rubber to place under the SEM showed in figure 1 and 2. This will prevent small parts to disappear between the SEM and the table.
4. Paper cups to put the dismantled screws.

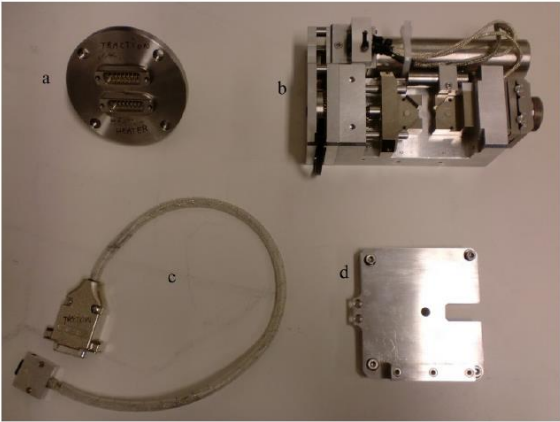


*Figure 1: Shred of foam rubber*

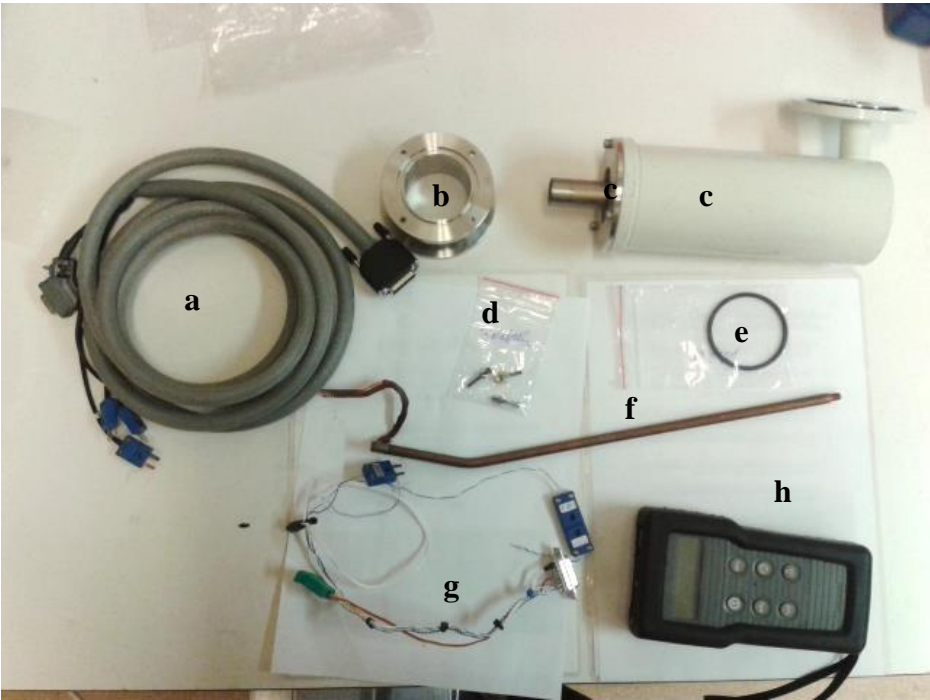


*Figure 2: Shred of foam rubber placed under the SEM*

# Bill of materials

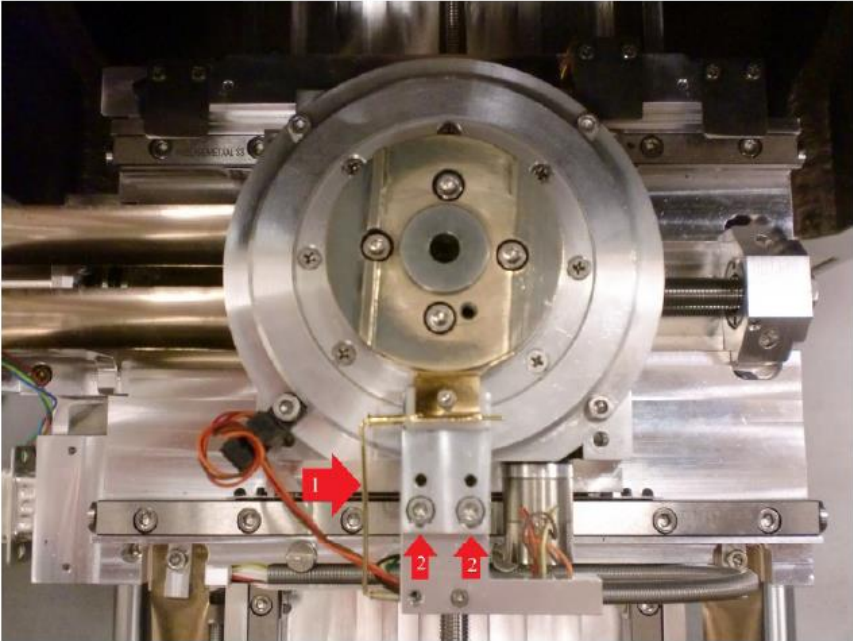


**Figure 3:** Tension stage parts: (a) Chamber door contact (b) tensile stage (c) traction cable (d) mounting bracket

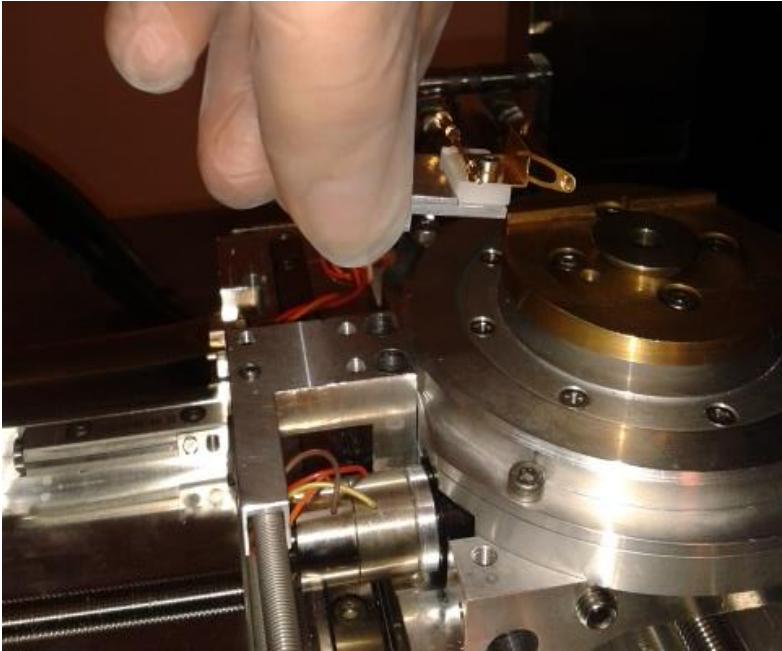


**Figure 4:** Cold finger parts: (a) thermometer cable (b) door contact (c) liquid nitrogen container (d) screws to the door contact (e) gasket (f) cold finger (g) thermocouple (h) thermometer

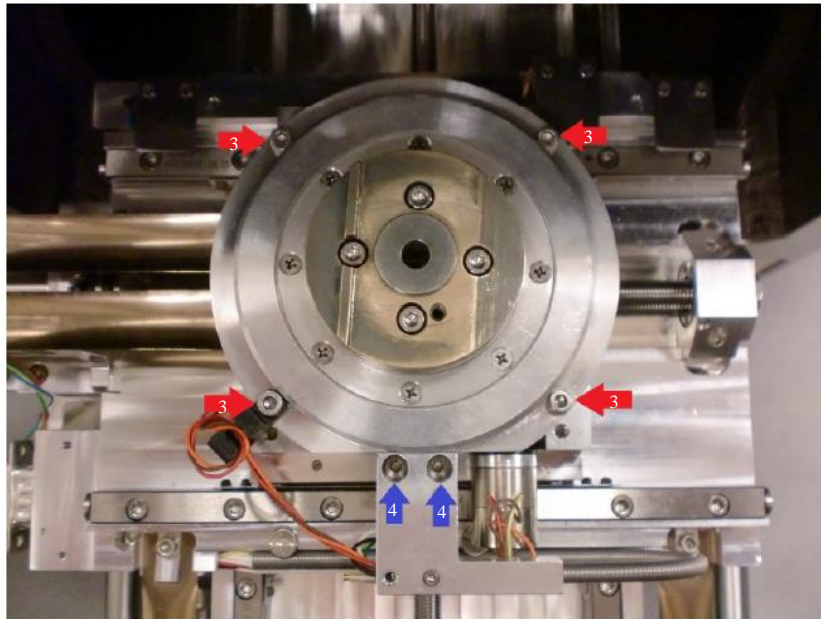
# Disassembly of the rotation unit



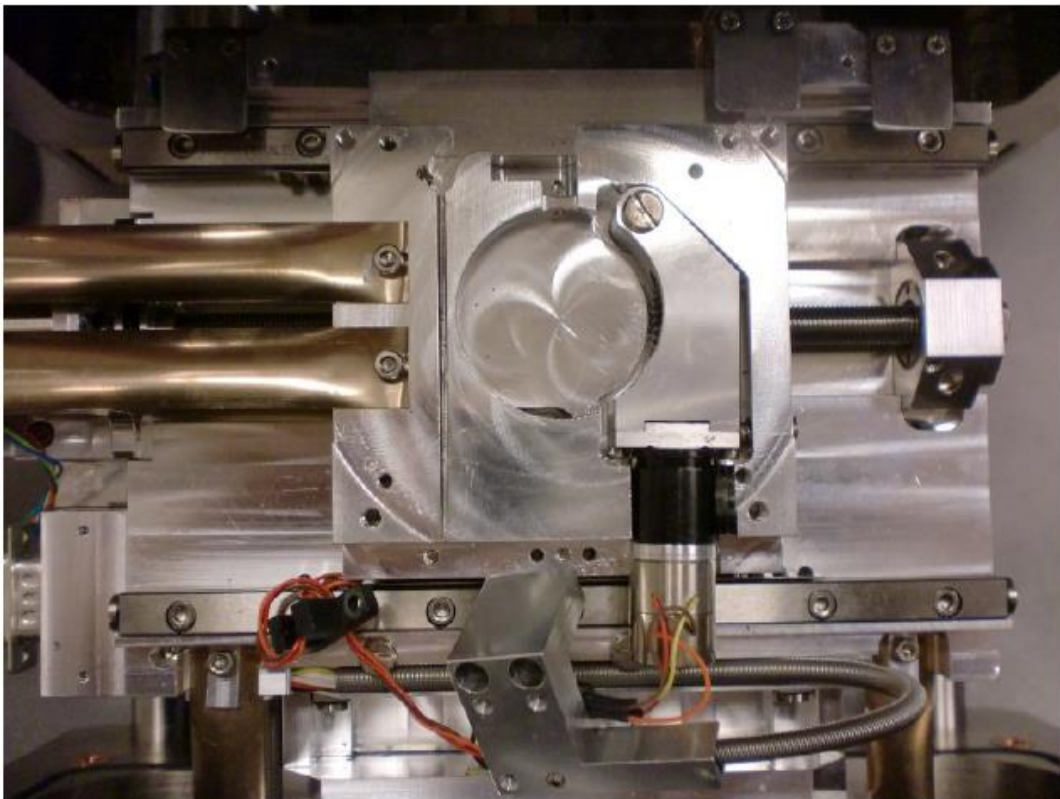
*Figure 5: Remove the gold pink (1) and unscrew the marked screws (2)*



*Figure 6: Lift off the loose part as showed in the figure.*

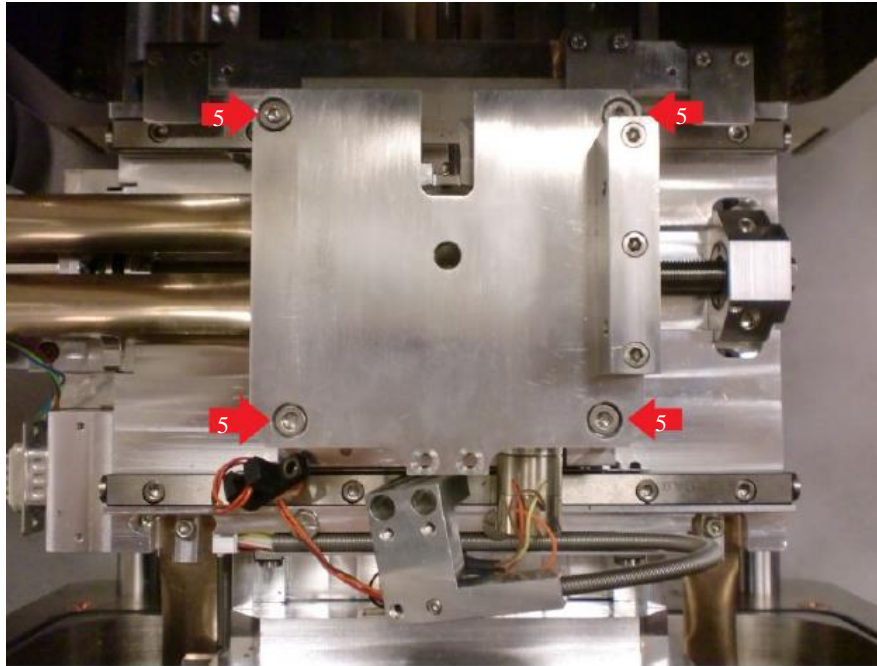


*Figure 7: Unscrew all the marked screws (3) (4) and remove the rotation unit. The two screws marked in blue (4) are later used to fasten the tensile stage.*

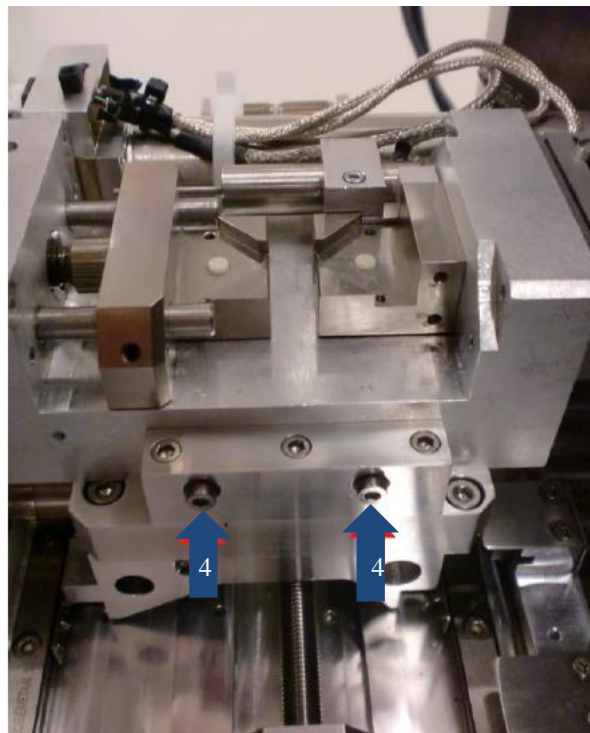


*Figure 8: This is what it looks like when the rotation unit is removed.*

## Mounting the tensile stage



*Figure 9: Place the mounting bracket on top of the stage and fasten the marked screws (5).*



*Figure 10: Place the tensile stage on top of the mounting bracket and fasten it by the marked screws (4). These are the two screws from figure 7.*

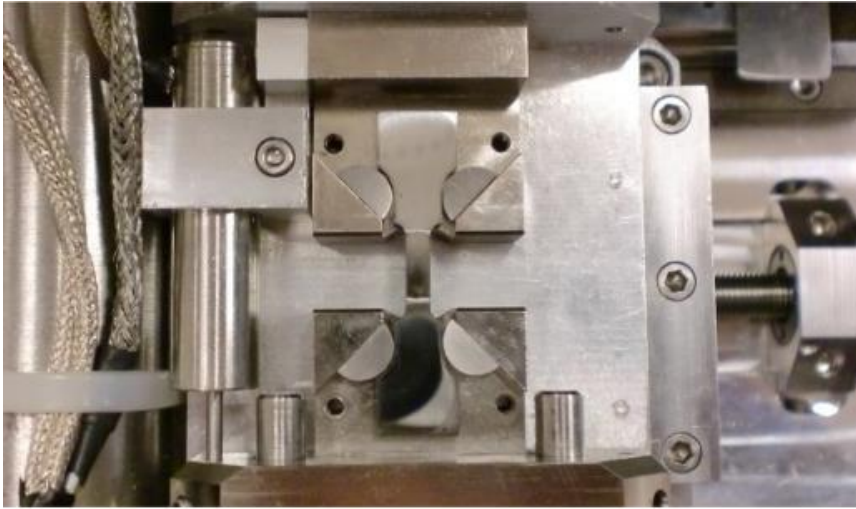


**Figure 11:** Mount the traction cable and the thermocouple to the door contact, lead the cables through and screw the contact to the door. Use the screws from the original door contact.



**Figure 12:** Connect the cable from the moveable computer. Traction cable in upper contact and thermocouple cable (part X from figure X) in the lower contact.

## Mounting of the specimen



**Figure 13:** The specimen correctly placed in the tensile stage with four bearing slugs. Use titanium or ceramic bearing slugs if thermo mechanical experiments will be conducted. Otherwise use steel bearing slugs.

To fasten the sample, follow the steps below on the tensile stage control box:

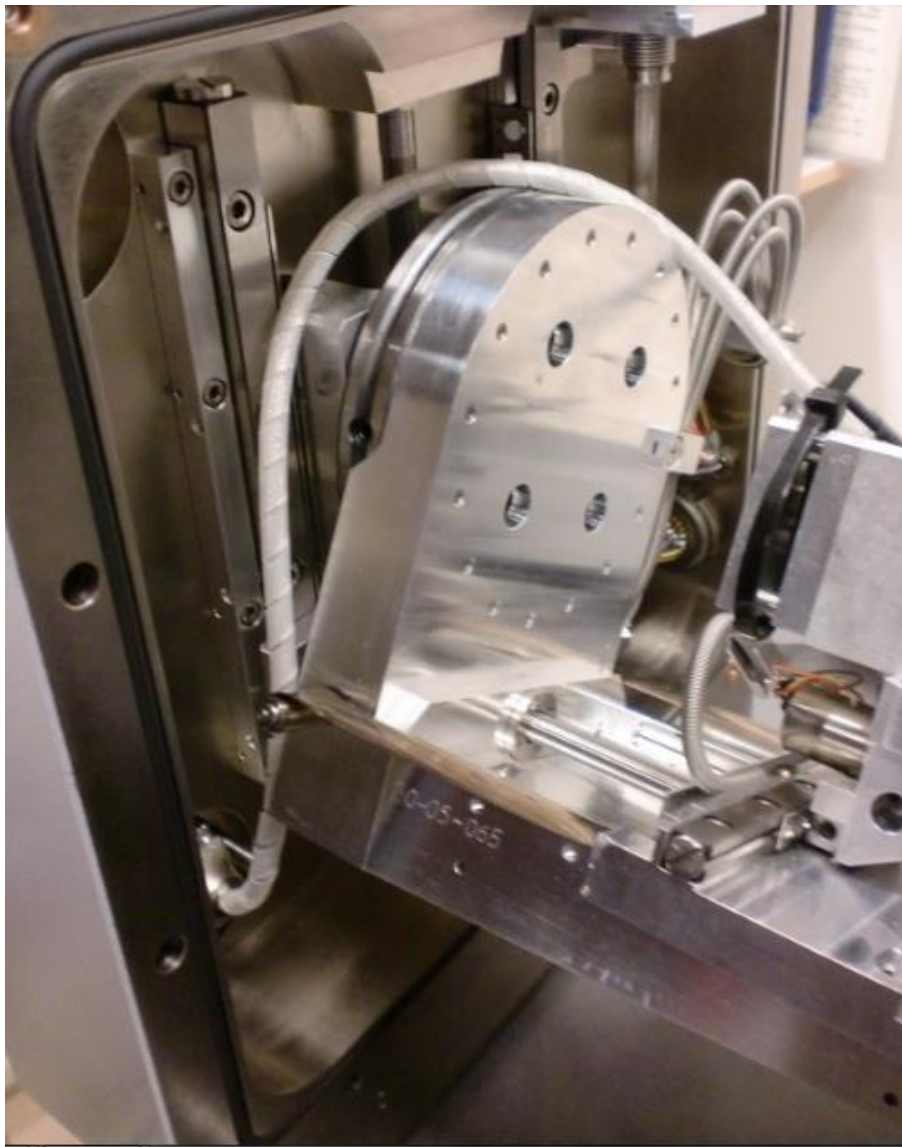
1. Push the switch to Int. (means that the stage is controlled by the control box)
2. Strength rate should be S2 (5kN)
3. Down= Tensile, Up= Compression
4. Speed: Max



**Figure 14:** This is how the tensile stage control box look like when you have executed step 1-4.

5. Push the red power button
6. Push on-off to start
7. When the force in the display marked F starts to increase, the sample is fasten.
8. Turn off the tensile stage by pushing the on-off button and turn off the power with the red power button.
9. Tilt the stage and make sure that the stage does not hit any of the detectors inside the SEM and that the traction cable is correctly placed as shown in figure 17

**THE TRACTION CABLE IS VERY FRAGILE AND MUST NOT BE EXPOSED TO TENSION OF ANY KIND!!**



***Figure 15:** The traction cable correctly placed between the tilted stage and the chamber door. When connecting and disconnecting the cable, pull the metal connectors and not the cable itself.*



## Mounting the cold finger



*Figure 16: Screw the upper door contact to the liquid nitrogen container.*

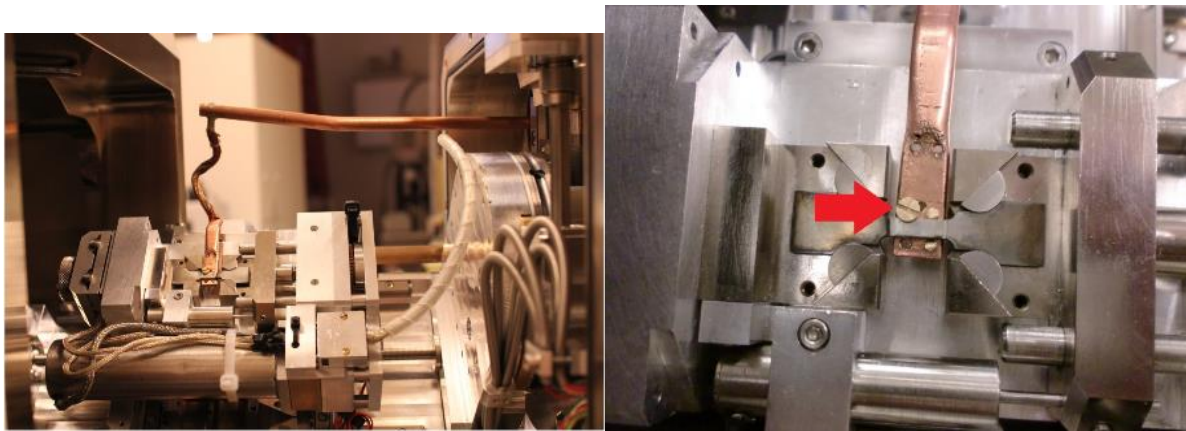


*Figure 17: Place the gasket on the other side of the upper door contact*

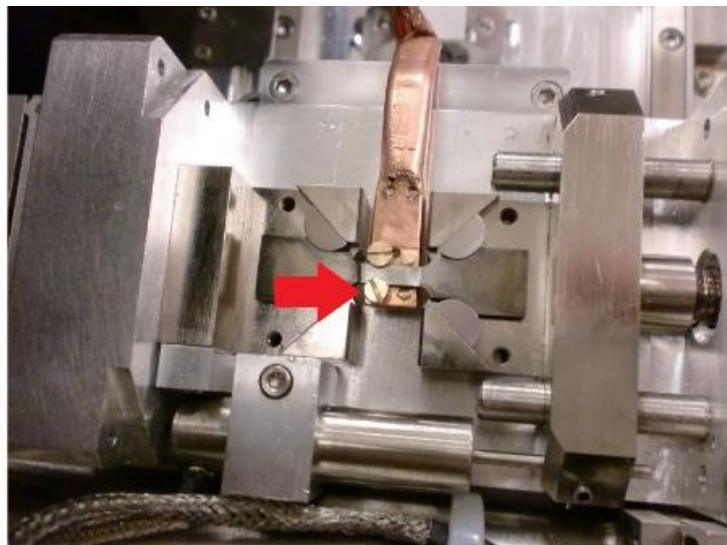


*Figure 18: Screw the cold finger to the liquid nitrogen container.*

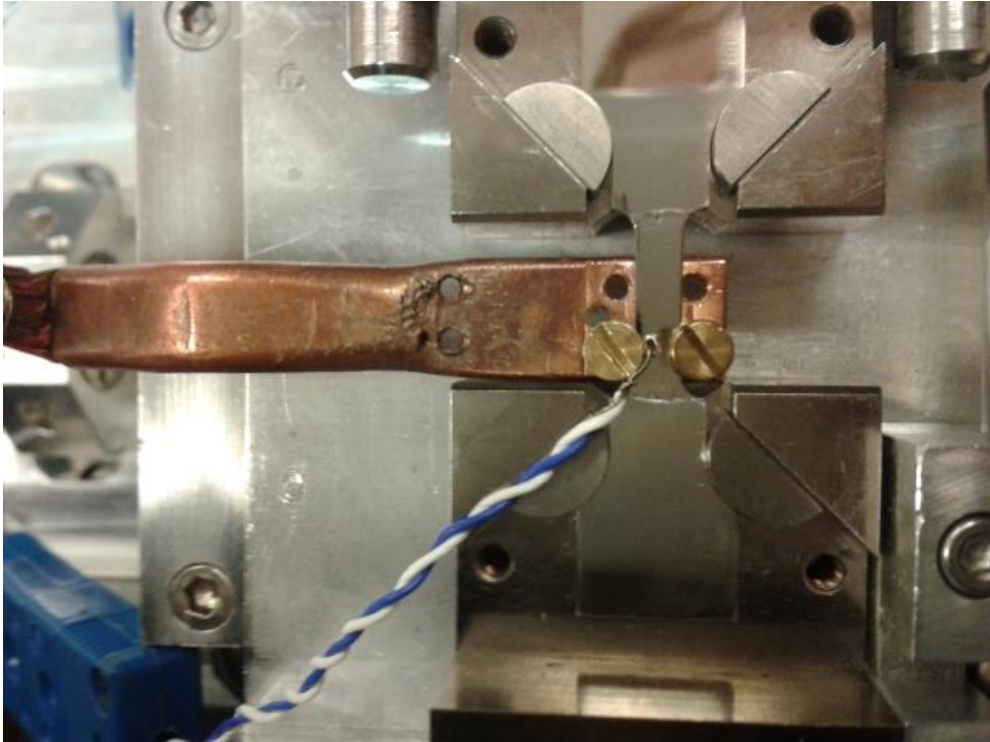
Lead the cold finger through the door and screw the upper door contact with the liquid nitrogen container to the door. Use the screws from the cover you removed.



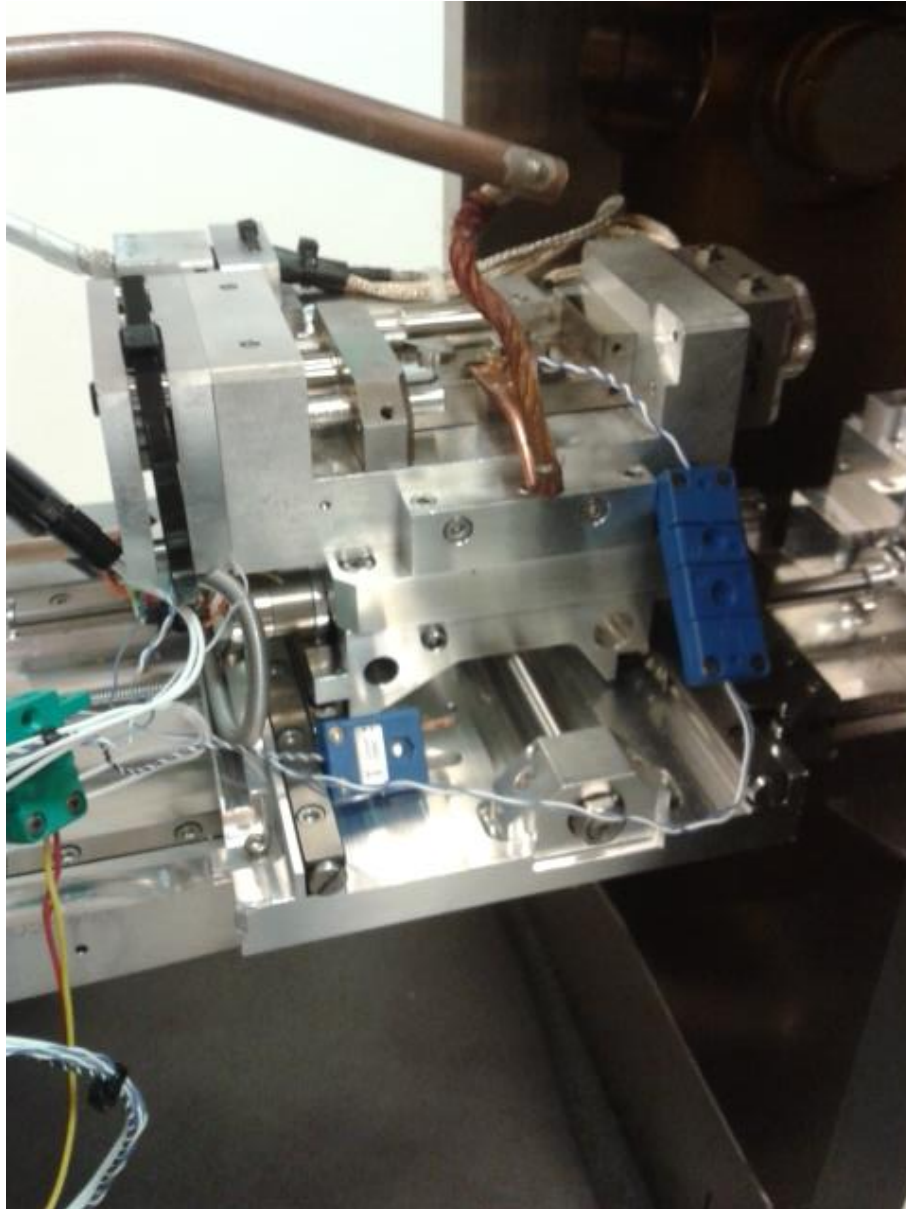
*Figure 19: Maneuver the cold finger and place the tip under the tensile sample as shown on the pictures.*



*Figure 20: Fasten the other screw, make it tight to ensure good thermal contact between the cold finger and the specimen.*



*Figure 21: Mount the thermocouple under one of the screw heads as shown in the picture. Be gentle but make sure it is stuck.*



*Figure 22: Try to place the thermocouple on the side of the tensile stage, and close the door to make sure they fit.*

Close the chamber and wait for vacuum. Good vacuum is important, and it can take many hours to pump up good enough vacuum for in situ experiments.

# Connecting the thermometer



Figure 23: Connect cable marked 1 and 2 in the thermometer.



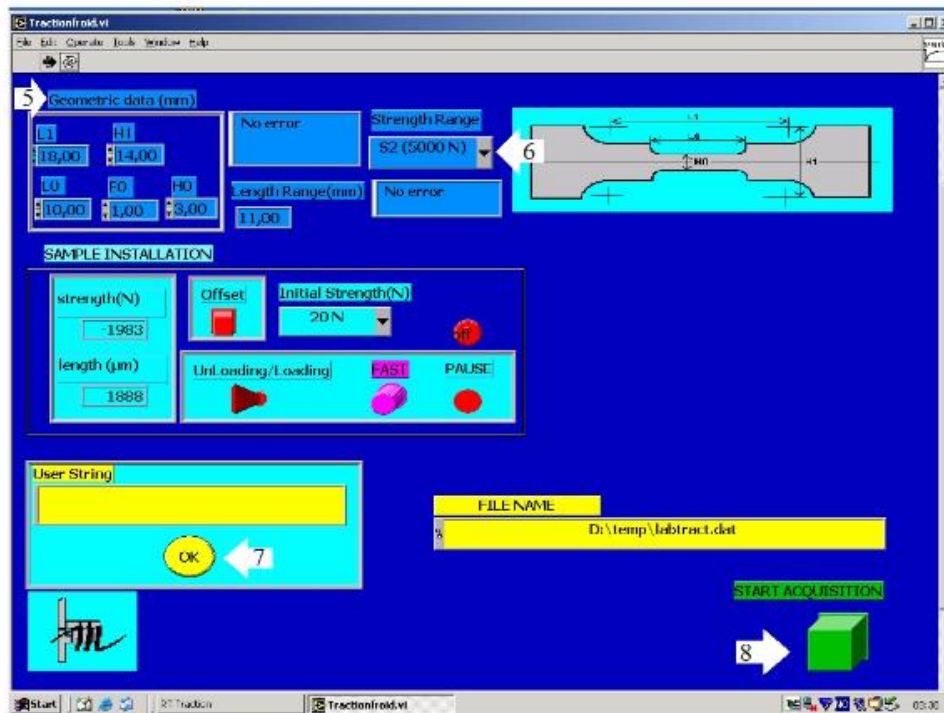
Figure 24: To start the thermometer, press button 1, and then button 2 until the display shows "Type T"

# Vedlegg III

## User manual

User manual for in situ tensile stage and cold finger

1. Locate your area of interest, find focus and flip the specimen to 70 °. Push in the EBSD detector.
2. Poor liquid nitrogen into the container and refill when needed during the experiment.
3. Start investigation when the temperature stabilizes. This will take about 1, 5 hours.
4. Turn on the moveable computer Username: SEMlab, Password: SEMlab
- 5 Start RT Traction (shortcut on desktop)
6. Flip the switch on the box from Int. to Ext.
7. Choose Strength Range = 5000. See figure 1
8. Choose 20N Initial Strength. See figure 1
9. Choose where to save by clicking OK on User String
10. Start acquisition. See figure 1



*Figure 1: Settings in the first window appearing when starting RT Traction*

11. Click the pink reset button. See figure 2
12. Click the Graph stop button, red → green. See figure 2
13. The tensile test can be controlled by Elongation. Choose control and type in the value of  $\epsilon$  where you want the stage to stop. (2% →  $\epsilon = 0,02$ ). See figure 2
14. Click on the flip switch to Unloading. See figure 2
15. Pause → ON. See figure 2.



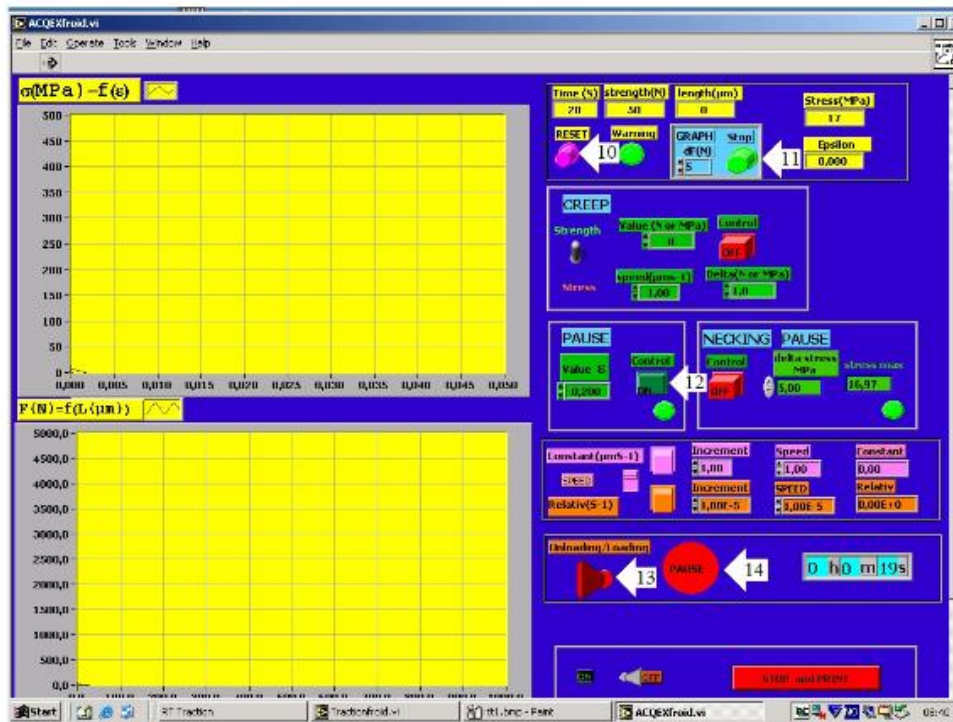


Figure 2: Settings in the first window appearing when starting RT Traction

16. To start, push the red power button then the green ON-OFF button on the control box.

Remember to turn off the red power button and the green ON-OFF button on the control box when performing the scan.



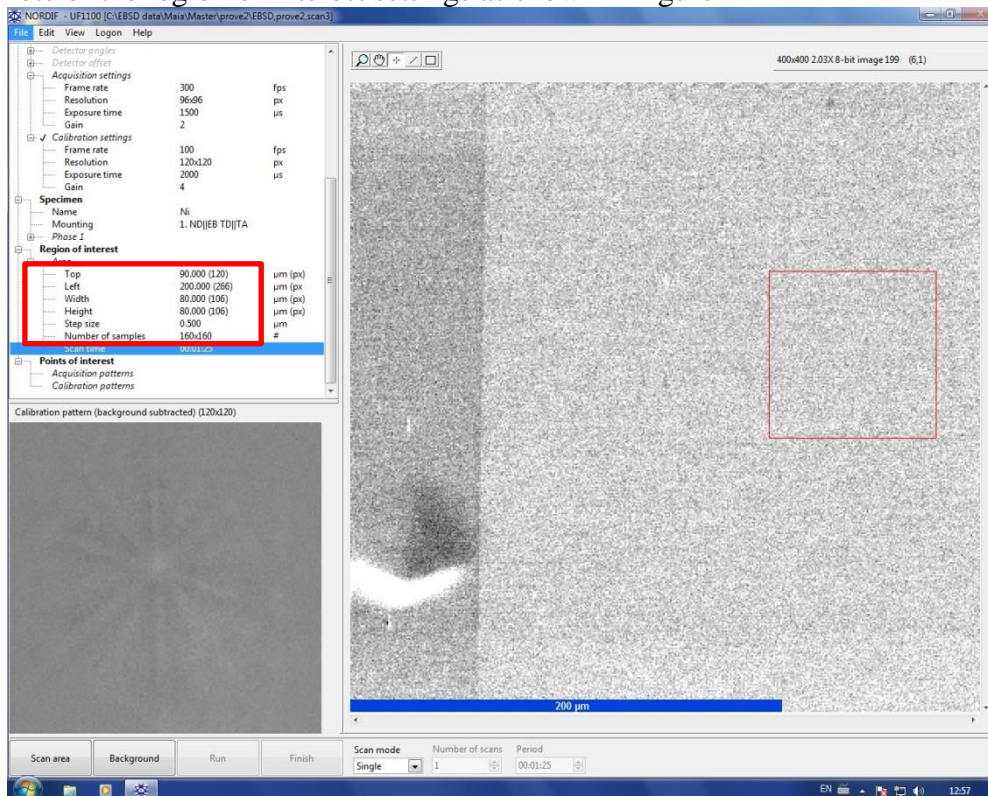
# Vedlegg IV

## Procedure for calibration

When performing in situ observations of a material, it might be challenging to find good calibration points as strain is introduced to the material. By using this method, you don't have to make new calibration and acquisition points for each scan. The method complies with observations where you are looking at the same area over multiple scans, like tensile, compression, heating and quenching experiments.

1. Find the area you want to scan, and record the first EBSD pattern as usual. You should make sure that the calibration points are good as this will affect the quality on all the patterns.

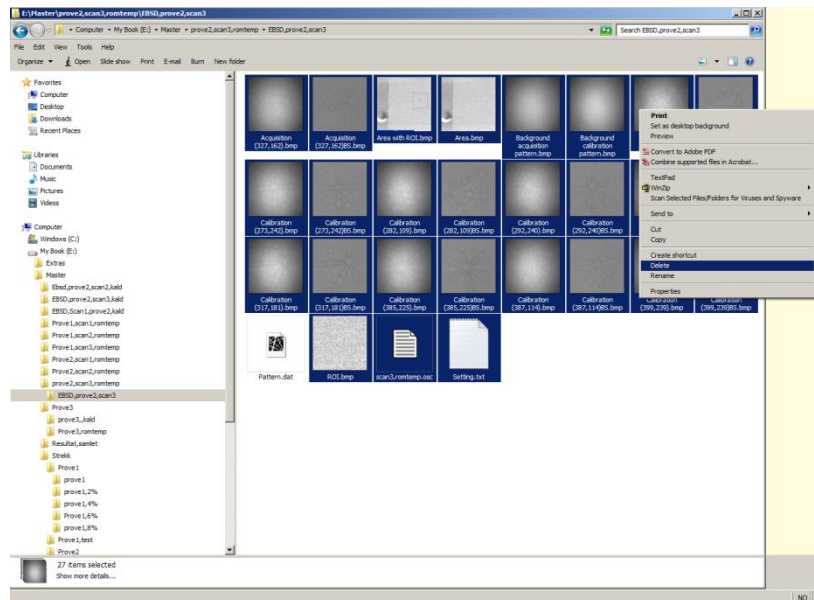
Make a note of the region of interest settings as shown in figure 1



*Figure 1: Make a note of the settings of the region of interest*

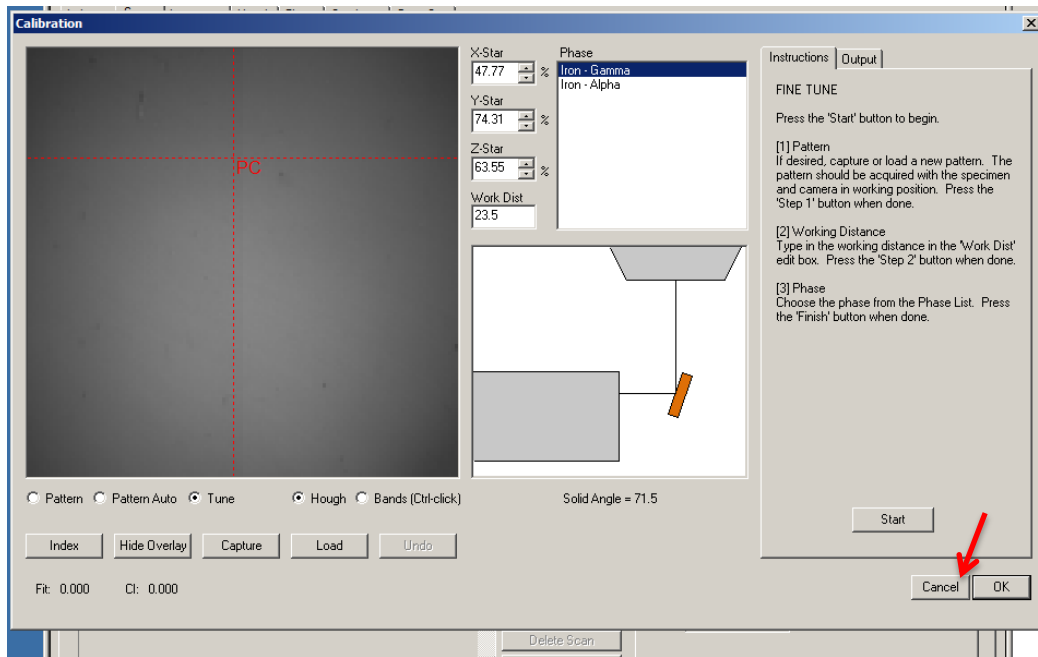
2. Execute the scan, close the project and perform the experimental part.

- Find back to the same area. It is important that all the settings in NORDIF remain the same. This means that you have to maneuver the same region of interest back to the same coordinates in the NORDIF software.
- Make a new region of interest with the exact same coordinates as the first scan. Make the background subtraction, and place one calibration point and one acquisition point in a random place in order to start the scan.
- When you are done with the scan, open the folder from scan number two. Delete all files except the pattern file.



*Figure 2: Delete all files except the pattern file from scan number two.*

- Open the folder from the first scan, and copy all the files except the pattern file into the folder from the scan number two.
- Open the first scan in TSL OIM Data Collection, and index it. When loading scan 2, press cancel on all the calibration points.



**Figure 3:** Press «Cancel» on all the calibration points from scan number two.

8. When all the scans are loaded, you can press “Start Batch”.

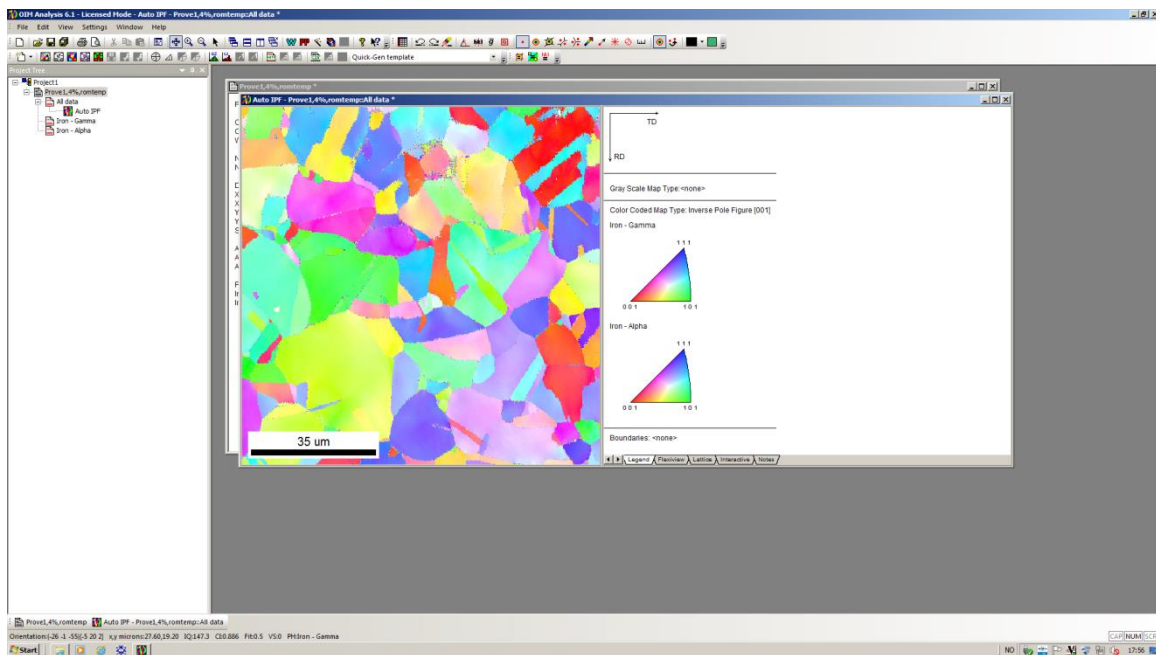
All the scans will now be indexed with the calibration points you selected on the first scan.



# Vedlegg V

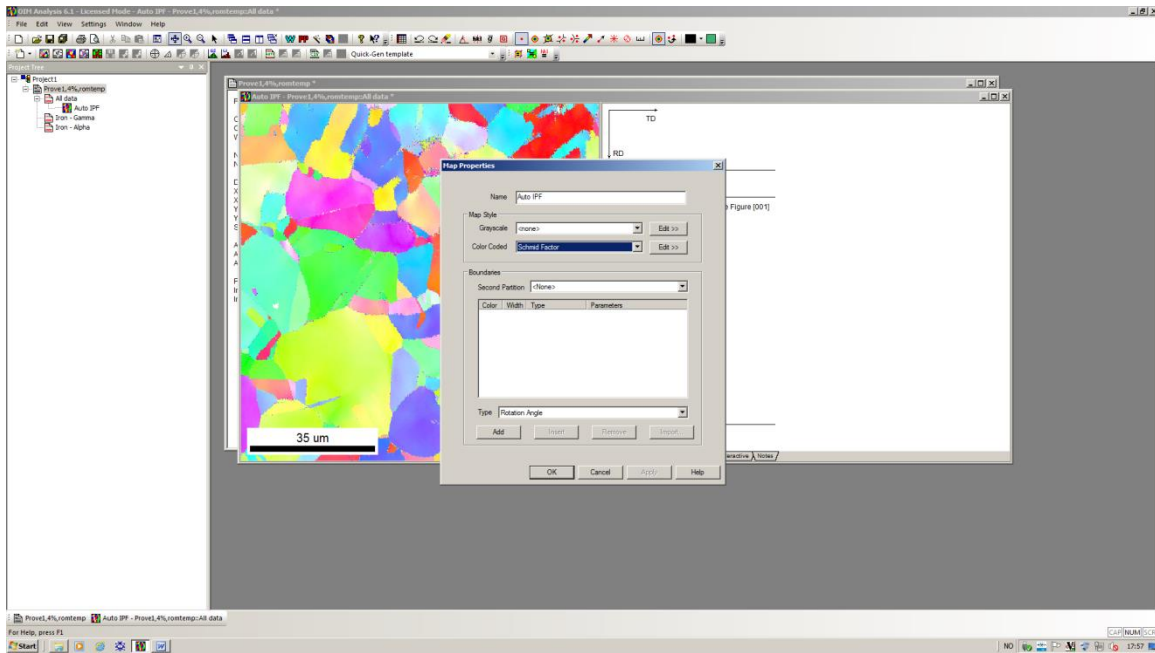
## Making a Schmid factor map

1. Open an IPF map of the dataset.



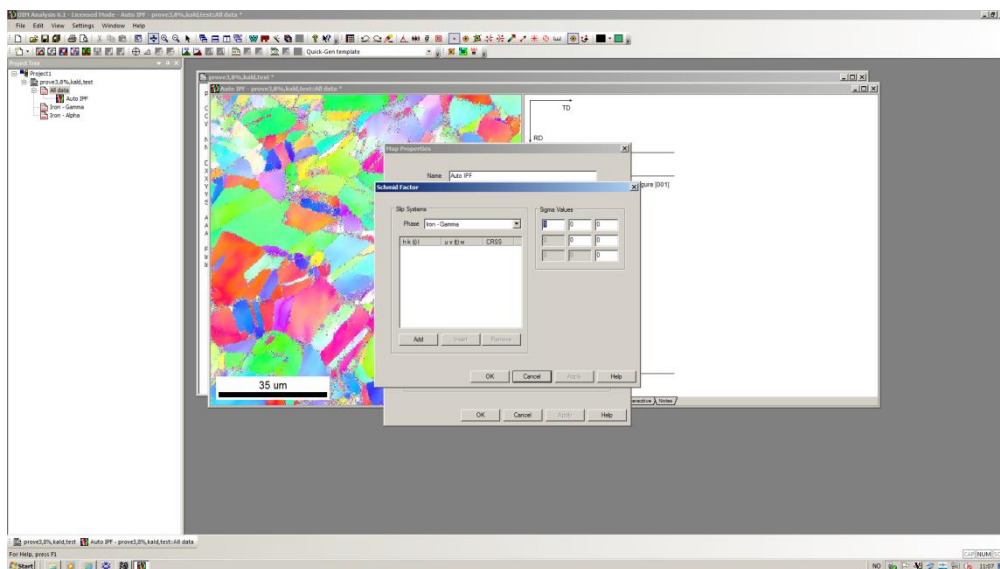
*Figure 1: IPF map of the dataset*

2. Right click in the map, and choose properties
3. Choose “Schmid factor” on the roll bar under “Color coded”, and press “Edit”



*Figure 2: Color coded: Schmid factor*

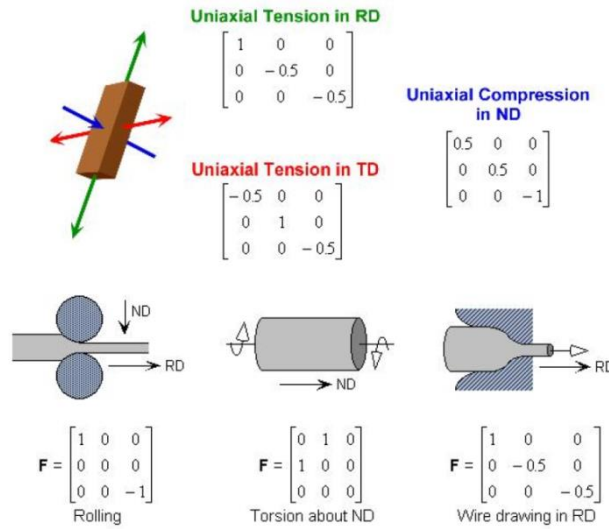
Figure 3 shows what appears on your screen



*Figure 3: Schmid factor input*

4. The Sigma values depend on the stress applied and the direction you apply it. Find the Sigma values for your particular case in figure 4



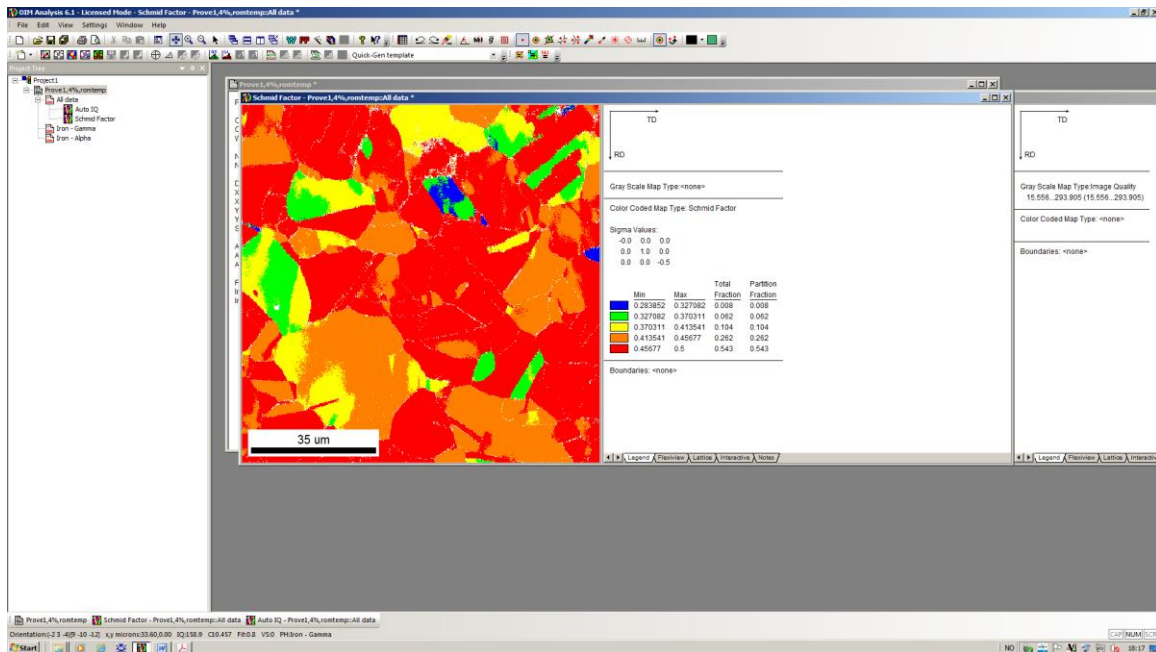


**Figure 5: Sigma values**

- Choose phase, and then click add to add the slip system. The input is one or more slip systems with plane {hkl}, and direction <uvw>. The CRSS value is set to 0, 2.

For example FCC has slip system equal to plane {111} and direction <1-10>.

The output is a Schmid factor map as shown in figure 5.



**Figure 6: Schmid factor map**

According to Schmid's law, a high Schmid factor indicates that slip and plastic flow preferably appear in these areas.

